

THÈSES

PRÉSENTÉES

A LA FACULTÉ DES SCIENCES
DE L'UNIVERSITÉ DE PARIS

POUR OBTENIR

LE GRADE DE DOCTEUR ES SCIENCES PHYSIQUES

PAR

Pierre GRENIER

PREMIÈRE THÈSE

Étude des mécanismes élémentaires de déformation
par fluage de l'uranium en fonction de la température
(de 150 à 760° C)
par la mesure des énergies d'activation

DEUXIÈME THÈSE

Propositions données par la Faculté

Les diverses méthodes de mesure des tensions internes dans les matériaux

Soutenues, le 18 juin 1966, devant la Commission d'examen

MM. GUINIER	} Examinateurs	Président
MICHEL		
LACOMBE		

THÈSES

PRÉSENTÉES

A LA FACULTÉ DES SCIENCES
DE L'UNIVERSITÉ DE PARIS

POUR OBTENIR

LE GRADE DE DOCTEUR ES SCIENCES PHYSIQUES

PAR

Pierre GRENIER

PREMIÈRE THÈSE

Étude des mécanismes élémentaires de déformation
par fluage de l'uranium en fonction de la température
(de 150 à 760° C)
par la mesure des énergies d'activation

DEUXIÈME THÈSE

Propositions données par la Faculté

Les diverses méthodes de mesure des tensions internes dans les matériaux

Soutenues, le 18 juin 1966, devant la Commission d'examen

MM. GUINIER

Président

MICHEL

LACOMBE

}

Examineurs

UNIVERSITÉ DE PARIS – FACULTÉ DES SCIENCES DE PARIS

Professeurs

Le Doyen
M. ZAMANSKY

MM. PRENANT	T Anatomie & histologie comparée	M. LEVY	T Physique théorique des hautes énergies	MM. RIGAUDY	T Chimie SPCN
GRASSE	T Evolution des êtres organisés	Mme CHAIX	T Chimie biologique	COLLONGUES	Chimie CPEM
PREVOST	T Chimie organique	HUREL PY	T Biologie végétale CPEM	DUBERT	Biochimie
WYART	T Minéralogie & cristallographie	MM. PANNETIER	T Chimie générale I	NOZIERES	Physique générale
TEISSIER	T Zoologie	BRUN	T Mécanique des fluides I	CADIOT	Chimie organique
AUGER	T Physique quantique & relativité	Mme DUBREL	T Mathématiques (Agrégation)	IVANOFF	Océanographie physique
MONNIER	T Physique générale	Mme LELONG	T Mathématiques II E.N.S.	FRANCOIS	Zoologie
PIVETEAU	T Paléontologie	MM. BELLAIR	T Géologie S.P.C.N.	TALBOT	Génie chimique
ROCARD	T Physique E.N.S.	COTTE	T Physique électrique	Mme NOUGAREDE	Botanique
CARTAN	T Mathématiques E.N.S.	DUBOIS J.E.	T Chimie organique physique	MM. BRUHAT	T Mathématiques MPC
LAFFITTE	T Chimie générale	LAMOTTE	T Zoologie E.N.S.	FOURNET	Electricité générale
N.	T Géométrie supérieure	OLMER	T Géométrie générale	DEHEVELS	T Mathématiques propédeutique
COULOMB	T Physique du globe	GAUTHIER	T Mécanique appliquée	FURON	T Géologie SPCN
Mlle COUSIN	T Biologie animale SPCN	BARCHEWITZ	T Chimie physique	Mme GANS	T Génétique
MM. CHRETIEN	T Chimie minérale	BROSSEL	T Physique atomique	MM. GENEVEY	Biologie végétale CPEM
BOCQUET	T Zoologie	BUSER	T Physiologie comparée	RUPE	T Pétrographie
KASTLER	T Physique E.N.S.	CAMUS	T Physiologie végétale	HOLLANDE	T Biologie générale
FERRUSSI	T Génétique	CURIEN	T Minéralogie & cristallographie	LIONS	T Analyse numérique
GAUTHERET	T Biologie végétale CPEM	POSSOMPES	T Zoologie	MAITTE	T Chimie organique
LUCAS R.	Recherches physiques	PULLMANN	T Chimie quantique	NICOLAS	Géologie appliquée
THOMAS A.	T Biologie cellulaire	TEILLAC	T Physique nucléaire & radio-activité	PANIGEL	Biologie générale
MORAND	T Physique enseignement	VILLE	T Econométrie	RAVIER	T Pétrographie
SOLEILLET	T Physique CPEM	WILLEMART	T Chimie CPEM	MOREL F.	T Physiologie comparée
FORTIER	T Mécanique expérimentale des fluides	FREYMANN	T Recherches physiques	ROSEAU	T Mécanique théorique des fluides
DRACH	T Zoologie	ROLLET	T Chimie minérale	ROUBINE	Electronique E.S.E.
QUENEY	T Météorologie & dynamique de l'atmosphère	Mlle JOSIEN	T Chimie SPCN	SILBER	T Chimie CPEM
GALLIEN	T Embryologie	MM. CHEVALLEY	T Géométrie algébrique & théorie des groupes	UEBERSFELD	T Electronique
EICHORN	T Botanique	GERMAIN	T Mécanique théorique des fluides	HERVE	T Théories physiques
DE CUGNAC	T Biologie végétale SPCN	LUCAS G.	T Géologie	MM. PECKER-WIMEL	T Mathématiques
Mlle CAUCHOIS	T Chimie physique	ALLARD	T Chimie physique	MM. BALKANSKI	T Astrophysique
MM. THELIER	T Physique du globe	BERTHELOT	T Physique des particules fondamentales	LE CORRE	Physique M.P.C.
PONCIN	T Mécanique générale	BRICARD	T Météorologie	NATAF	T Electricité
DUBREIL	T Arithmétique & théorie des nombres	Mme ALBE-FESSARD	T Psycho-physiologie	ECHALIER	T Physique nucléaire & radio-activité
QUELET	T Chimie organique	MM. JULIA	T Etude des molécules naturelles complexes	BARRAUD	Biologie animale CPEM
CAIGNARD	T Géophysique appliquée	MAGAT	T Physico-chimie des rayonnements	DARS	T Physique CPEM
CHAMPETIER	T Chimie macromoléculaire	Mlle QUINTIN	T Electrochimie	CAMEFORT	Géologie structurale & appliquée
CUVILLIER	T Microbiologie	MM. MONOD	T Chimie du métabolisme	VICHNIEWSKY	T Botanique (Agrégation)
JUNG	T Géologie	DE POSSEL	T Analyse numérique	SIGWALT	T Mécanique industrielle
WIEHMANN	T Microscopie & diffraction électronique	CHARLOT	T Chimie analytique	BLAQUIERE	T Chimie SPCN
VASSY	T Chimie organique & structurale	CHATELET	T Chimie CPEM	BARUCH	Electronique
DESTOUCHES	T Physique de l'atmosphère	MATTIER	T Physique SPCN	ARNOUS	Physique propédeutique
AMEL	T Chimie physique	BOUSSIERES	T Radiochimie	SLONIMSKI	T Physique théorique
HOCART	T Minéralogie & cristallographie	Mme COUTURE	T Thermodynamique & mécanique physique	MALLIAVIN	Génétique
J.P. MATHIEU	T Physique optique	MM. FRANC	T Biologie animale CPEM	GAUDEMAR	T Mathématiques propédeutique
COITEAUX	T Cytologie	SCHNELL	T Botanique tropicale	BROUSSE	Chimie propédeutique
CHOQUET	T Théorie des fonctions & topologie	STOLKOWSKI	T Biologie générale	ROSCHE	T Mécanique théorique
FELDMANN	T Biologie végétale marine	ACHER	T Chimie biologie	GUY	T Astronomie
JOST	T Physiologie comparée	BAUDOUIN	T Biologie animale CPEM	LAZARD	T Physique expérimentale
FORTET	T Calcul des probabilités & physique mathématiques	BEAUMONT	Biologie animale SPCN	MOREL P.	Mathématiques MPC
SCHWARTZ	T Calcul différentiel & intégral	BLAMONT	Géophysique ionosphère	ARSAC	Physique MPC
CHOUARD	T Physiologie végétale	BOUREAU	T Botanique	LEFEBVRE	Chimie MPC
MALAVARD	T Aviation (technique aéronautique)	CURIE D.	T Physique MGP	BOK	Physique propédeutique
BRELOT	T Analyse supérieure	DURAND DELGA	T Géologie	CHAPEVILLE	Biochimie
NORMANT	T Synthèse organique	HELLER	T Physiologie végétale	BENOIT	Physique CPEM
BENARD	T Chimie appliquée	TORTRAT	T Calcul des probabilités	RIO	Chimie CPEM
DUGUE	T Statistique mathématique	CAILLEUX	T Zoologie SPCN	JAUSEIN	Géologie ENS
SOULAIRAC	T Psychophysiologie	MAGNAN	T Physique électricité	PREVOST G.	Biologie végétale CPEM
ULRICH	T Physiologie végétale appliquée	DAUDEL	T Mécanique ondulatoire	FAYARD P.	Biologie animale CPEM
KIRRMANN	T Théories chimiques	Mlle FOUROURY	Biologie végétale SPCN	Mme CHARNIAUX-COTTON	Evolution des êtres organisés
CHADEFAUD	T Botanique	Mme CHOQUET BRUHAT	Mécanique analytique & mécanique céleste	MM. FICINI	Chimie CPEM
Mlle LE BRETON	T Physiologie de la nutrition	Mlle VEIL	T Physiologie générale	LEQUEUX	Astronomie
MM. LELONG	T Application de l'analyse à la géométrie	MM. LWOFF	T Microbiologie	COREN TANNONJUI	Physique atomique
DEVILLERS	T Anatomie & histologie comparées	SIESTRUNCK	T Mécanique physique & expériment.	TAVERNIER	Physique CPEM
EHRESMANN	T Topologie algébrique	CABANNES	T Mécanique générale	DURAND Michel	Biologie animale SPCN
FRANCON	T Physique SPCN	CAIRE	T Graphie physique & géologie dynamique	PAUSCAU	Physiologie
GLANGEAUD	T Géographie physique, géologie dynamique	COMOLET	T Mécanique des fluides	MM. PETIT	Biologie animale CPEM
DODEMENT	T Mathématiques MGP	DELLOUE	T Physique de l'exosphère	CAGNAC	Physique agrégation
PISOT	T Technique mathématique de la physique	HOULLON	T Biologie animale CPEM	FALK-VAIRANT	Physique nucléaire
ROCH	T Géologie	OLIVIER	T Astronomie	KRASNEN	T Mathématiques
SCHATZMANN	T Astronomie	SAMUEL	T Mathématiques (ENS Jeunes filles)	BENZECRI	Statistiques
TERMIER	T Géologie générale	THIRY	T Mécanique céleste	VINH MAU	Physique M.G.P.
ZAMANSKY	T Mathématiques générales	ABELES	T Physique SPCN	DUQUESNES	Physique CPEM
LENNUIR	T Physique M.G.P.	AMAT	T Thermodynamique	SCHUTZENBERGER	Programme
ROUTHIER	T Géologie appliquée	AURON	T Géologie	TREMILLON	Chimie MPC
MM. TONNELAT	T Physique théorique	Mme BENOIT-GUEUTAL	T Physique nucléaire & radio-activité	FAYARD	Chimie CPEM
MM. DIXMIER	T Mathématiques M.P.C.	M. BOUGIS	Biologie végétale marine	HUYET	Chimie CPEM
SOUCRAY	T Chimie générale		Villefranche s/Mer	AUTHIER	Physique MPC
ALGRAIN	T Electrotechnique			PICINBONO	T Physique CPEM
BRUSSET	T Chimie systématique			BONNEFILLE	Electrotechnique
				Mme PUISEUX DAO	Biologie végétale

UNIVERSITÉ DE PARIS – FACULTÉ DES SCIENCES D'ORSAY

Professeurs

MM. MANGENOT G.	T Biologie végétale	MM. BERGERARD J.	T Zoologie	Mme MARTY N.	Physique propédeutique
JACQUINOT P.	T Optique	ROGER J.	T Paléontologie	MM. GOURDIN M.	Physique théorique
GUINIER A.	T Electricité & physique des solides	LEFORT M.	T Chimie nucléaire	PEREZ-Y-JORBA	Physique propédeutique
GRIVET P.	T Electronique	LAGARRIGUE A.	T Physique des hautes énergies	GORENFLOT E.	Biologie végétale SPCN
BLANC		JULIEN J.	T Chimie structurale organique	RIOU M.	Physique nucléaire
LAPIERRE A.	T Accélérateur linéaire	ARNULF A.	T Optique	BROUSSE R.	Géologie S.P.C.N.
L'HERITIER P.	T Génétique des virus	ROUAULT M.	T Diffraction électronique	LIOTTE C.	Physiologie végétale
LEMEG G.	T Ecologie végétale	MARECHAL A.	T Optique théorique et appliquée	CLAUSER H.	Chimie biologique
MOYSE A.	T Physiologie végétale	MAZET R.	T Mécanique générale	JANCOVICI B.	Physique atomique
DODE M.	T Chimie thermodynamique	DAVID Serge	T Chimie des gaz et des combustibles	LURCAT H.	Physique propédeutique
DENY J.	T Mathématiques	GUERIN H.	T Mathématiques MPC et algèbre	LE BERRE J.	Biophysique
RIVIERE A.	T Géologie générale & sédimentologie	LESIEUR L.	T Astronomie	LAVOREL J.	Physique propédeutique
MICHEL A.	T Chimie minérale	KOURGANOFF	T Physique électronique	PERIO P.	Stéréochimie
MAY R.	T Anatomie comparée	ARNOULT P.	T Mathématiques	FETIZON M.	Chimie des isotopes
DELANGE H.	T Mathématiques	KAHANE J.P.	T Physique propédeutique	MAZIERES C.	Chimie SPCN
CHAPPELLE J.	T Physique expérimentale	BROCHARD J.	T Physique C.P.E.M.	VILKAS M.	Chimie C.P.E.M.
LACOMBE P.	T Métallurgie	MM. ROZEN	T Electronique	BLANDIN A.	Physique des solides
BENOIT P.	T Physiologie générale	MM. BERTIN F.	T Mathématiques	BRUN G.	Génétique
GUINCHET J.	T Biologie végétale SPCN	MALGRANGE B.	T Physiologie animale	MERCOURIOFF	Physique agrégation
NERON A.	T Botanique approfondie	CORABOEUF E.	T Physique des solides	ANDRE J.	Microscopie électronique
NOZERAN R.	T Thermodynamique	FRIEDEL J.	T Cryptogamie	CHEVALIER F.	Biologie cellulaire C.P.E.M.
CASTANG R.	T Géologie structurale	CHEVAUGON J.	T Physique théorique & atomique	MM. MARCOU	Physiologie végétale
EELLENBERGER F.	T Chimie biologique	MEYER P.	T Accélérateur linéaire	BERKALOFF A.	Biologie animale CPEM
LEDERER E.	T Génétique	CHABRAL R.	T Physique propédeutique	Mlle LEFORT M.	Biologie cellulaire CPEM
RIZET J.	T Biologie animale SPCN	DELGROUX J.M.	T Physique des plasmas	MM. LAMBERT	Physique M.P.C.
LENDOT G.	T Mathématiques	CERF J.	T Mathématiques	MM. BIZOT J.C.	Mécanique
FREON P.	T Chimie organique	D'ESPAGNAT B.	T Physique théorique	GUERAUD J.P.	Chimie SPCN
TONNELAT	T Biologie physico-chimique	SCHAEFFER P.	T Microbiologie	LABOUESSE B.	
BRUNN Jan	T Géologie historique	DE GENNES P.	T Physique des solides		
JEAN M.	T Chimie nucléaire				



REMERCIEMENTS

Je prie Monsieur Paul LACOMBE, Professeur à la Faculté des Sciences de Paris et à l'Ecole des Mines de Paris, Directeur du Centre de Recherches Métallurgiques de l'Ecole des Mines de Paris, de bien vouloir accepter l'expression de ma profonde reconnaissance pour la direction qu'il a donnée à mes recherches et l'intérêt constant qu'il m'a témoigné.

Je remercie très sincèrement Monsieur le Professeur GUINIER de l'intérêt qu'il a bien voulu me témoigner en acceptant de présider le jury de ma thèse.

Je remercie vivement le Centre National de la Recherche Scientifique dont l'allocation d'une bourse de thèse m'a permis d'effectuer ce travail.

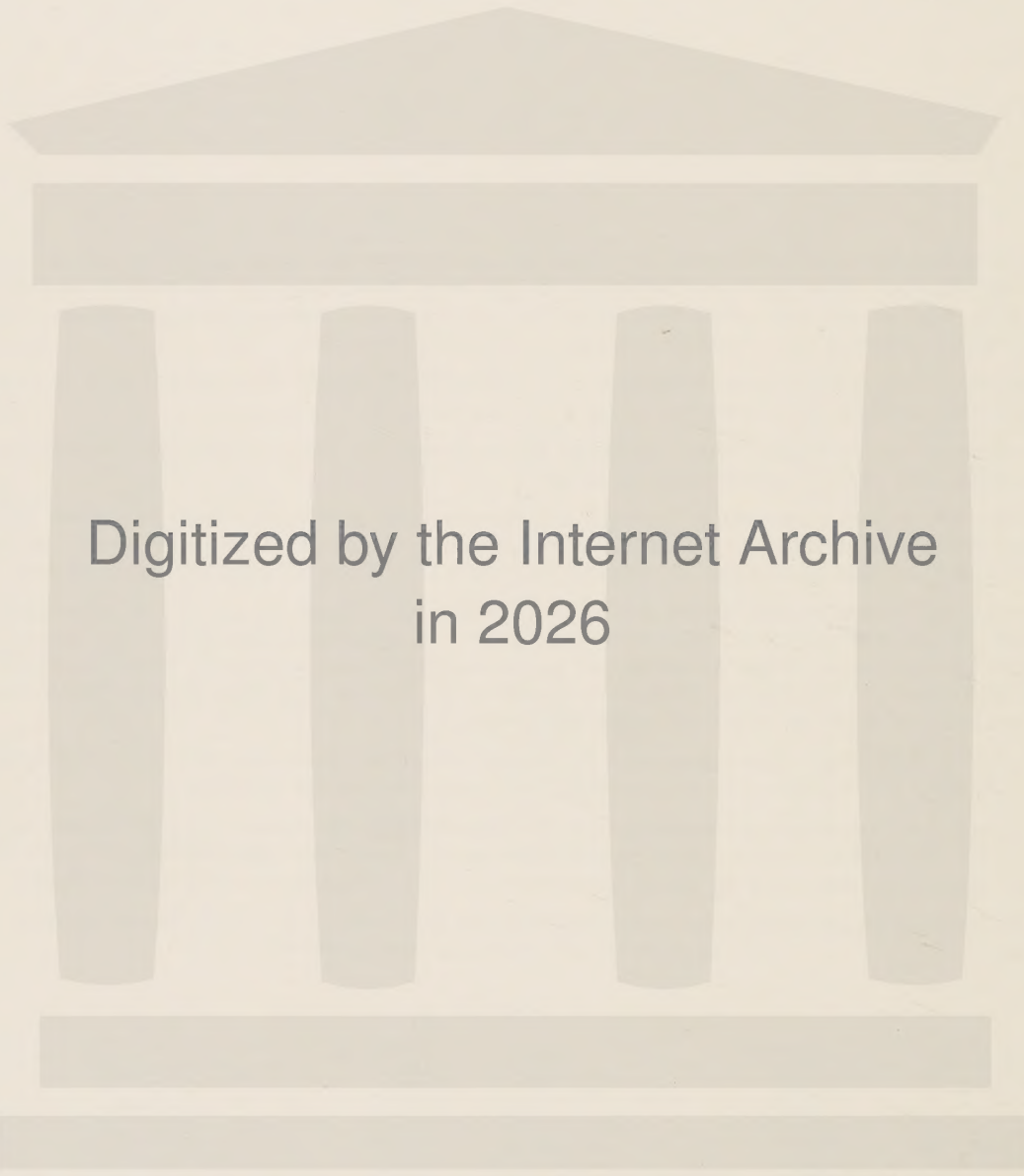
Je remercie le Commissariat à l'Energie Atomique et plus particulièrement Monsieur SALESSE, Chef du département de Métallurgie au CEA, qui m'ont permis de poursuivre cette étude, en confiant un contrat de recherches au Centre de Recherches Métallurgiques de l'Ecole des Mines de Paris.

Je remercie amicalement Monsieur J.P. ANDRE, qui, avant de quitter le laboratoire pour devenir chef de section au CEA, m'a initié aux différents problèmes théoriques et expérimentaux posés par l'étude du fluage. Nous avons pu en particulier résoudre ensemble, avec la collaboration efficace de Monsieur G. CIZERON, Maître-Assistant à la Faculté des Sciences de Paris, les problèmes posés par la mise au point de notre appareillage.

Je remercie également mes camarades de laboratoire, principalement MM. LEMOGNE, JAYNE, PASCAL et SASSI, des fructueuses discussions que nous avons eues ensemble.

J'exprime mes sincères remerciements à M. DEHAUSSE, Professeur de Mécanique à l'Ecole des Mines et M. ROUHIER, chef de l'Atelier de Mécanique, pour la collaboration et l'aide efficace qu'ils m'ont apportées tout au long de la conception et de la réalisation de l'appareillage.

Que Mademoiselle QUESNE trouve enfin ma sincère gratitude pour l'aide expérimentale qu'elle m'a apportée.



Digitized by the Internet Archive
in 2026

https://archive.org/details/IA41549020_0037

INTRODUCTION

En raison de leur utilisation courante comme matériaux fissiles dans l'industrie nucléaire, l'uranium et ses divers alliages ont fait l'objet de nombreuses études technologiques, sans que pour autant l'accent n'ait été mis sur l'aspect fondamental des phénomènes. La complexité de la maille cristalline du métal, son caractère anisotrope fortement marqué, aussi bien que sa densité particulièrement élevée, sont, entre autres causes, à l'origine des déformations sévères observées sur les éléments combustibles d'une pile atomique.

Si les différents modes cristallographiques de déformation du métal furent analysés par traction et compression à haute température, il y a maintenant une dizaine d'années, ANDRE [1] fut l'un des premiers à décrire, d'un point de vue fondamental, le comportement au fluage de l'uranium en haut de la phase α . En mettant en évidence un mécanisme unique, mais différent pour les polycristaux et les monocristaux, à partir de 520°C , cet auteur suggère que le fluage secondaire dépend de la vitesse de montée des dislocations-coins hors de leur plan de glissement suivant un processus de diffusion en volume.

A la suite de ces résultats, notre étude a porté sur le comportement au fluage de l'uranium en phase α et β et de deux de ses alliages à faible teneur en molybdène. Afin de s'affranchir au mieux de l'histoire mécanique et thermique antérieure du métal, nous avons pratiqué, sur nos échantillons, des traitements mécaniques et thermiques préalables sensiblement analogues, donnant des structures morphologiques stables. De plus deux variétés d'uranium différentes nous ont permis d'étudier l'influence du degré de pureté du métal. Chaque fois que cela s'est avéré possible, des observations micrographiques effectuées parallèlement sur les échantillons confirment les résultats quantitatifs obtenus. Pour chaque température, nous avons cherché à isoler les différents paramètres définissant le phénomène de fluage, tels que la tension, la sous-structure, la taille des grains..., de façon à ne faire varier que l'un d'entre eux, dans chaque type d'essai considéré.

Dans un premier chapitre seront exposés les différentes méthodes expérimentales mises en oeuvre, le mode d'élaboration des échantillons et l'appareillage utilisé. Ce dernier a la particularité d'être placé sous vide secondaire, afin d'éviter toute oxydation du métal.

Après un rappel des notions de fluage, nous tenterons dans un second chapitre, d'expliquer les différences constatées entre polycristaux et monocristaux d'uranium, au-dessus de 520°C , pour deux degrés de pureté différents. Nous relierons les mécanismes contrôlant la déformation en fluage primaire à ceux intervenant pendant la période secondaire.

Un troisième chapitre décrira les expériences de fluage entreprises à des températures inférieures, domaine pour lequel un mécanisme de déformation unique et identique pour les polycristaux et les monocristaux est prépondérant.

Dans un quatrième chapitre, nous nous intéresserons plus particulièrement aux températures intermédiaires, depuis 150°C , pour lesquelles plusieurs mécanismes de déformation pourront intervenir simultanément. L'étude du fluage en phase β montrera en outre l'influence du passage de la forme orthorhombique à la forme quadratique du réseau cristallin.

Enfin il nous a paru intéressant dans un dernier chapitre, d'établir une comparaison entre le comportement au fluage de l'uranium α et de deux de ses alliages à faible teneur en molybdène.

CHAPITRE I

APPAREILLAGE ET MÉTHODES EXPÉRIMENTALES

Nous décrirons plus particulièrement dans ce chapitre la machine de fluage sous vide secondaire que nous avons mise au point pour éviter l'oxydation de l'uranium durant le fluage et nous préciserons le mode d'élaboration des différentes catégories d'éprouvettes placées dans cet appareillage.

1.1 - MACHINE DE FLUAGE SOUS VIDE

En raison de la forte réactivité de l'uranium et de ses alliages vis à vis de l'oxygène à haute température, il s'est avéré indispensable de réaliser une machine de fluage dont les éprouvettes au moins soient placées sous vide, de façon à éviter tout risque de contamination du métal par le milieu l'environnant [2]. Les caractéristiques principales de cet appareil peuvent être ainsi résumées :

- les échantillons sont placés dans une enceinte étanche permettant d'obtenir un vide secondaire de $2 \text{ à } 5 \cdot 10^{-6}$ torr à 600°C ; une gamme d'utilisation de températures, entre 100 et 800°C , laisse en outre la possibilité d'effectuer des changements de température rapides du métal étudié.

- un dispositif de mise en charge est prévu afin de ne mettre l'éprouvette, ni en tension, ni en compression, au cours du chauffage, compte tenu de sa dilatation.

- l'allongement des échantillons est mesuré, en fonction du temps, de façon continue, à l'aide d'un capteur de déplacement relié à un dispositif extensométrique différentiel entre mordaches ; on supprime ainsi différentes causes d'erreurs de mesure de l'allongement, provenant du fluage et de la dilatation des tiges d'amarrage. La tension électrique de sortie de ce capteur est transmise, après amplification électronique à un enregistreur de type X-T muni d'un servo-mécanisme.

- les dispositifs de mise en charge et de mesure des allongements sont eux-mêmes placés sous vide afin de supprimer tout frottement mécanique occasionné par les passages aux joints d'étanchéité et de s'affranchir des effets dus à la pression atmosphérique.

- en dernier lieu, de façon à pouvoir faire varier la contrainte appliquée en cours d'essai, nous avons remplacé le dispositif à charge constante par une mise en tension des échantillons à l'aide de chaînes. Ce dernier système comporte un dynamomètre de mesure de la charge, lui-même placé sous vide dans l'enceinte.

Nous décrirons successivement la machine de fluage et son mode de fonctionnement sous sa première forme, à charge constante, avant de nous intéresser au dispositif de mise en charge variable.

1.1.1 - Description de la machine de fluage

Cet appareil [3], représenté sur les figures 1 et 2, peut être décomposé en quatre parties principales :

- un bâti reposant sur le sol supporte la cloche à vide 33, le groupe de pompage secondaire et la vanne-écran 40 ; deux colonnes 28, réunies par une entretoise 21, soutiennent la ligne d'amarrage 20 et assurent le centrage de l'ensemble constitué par le four et le tube laboratoire.

- un four vertical, guidé par deux plaques 29 et équilibré par deux contrepoids 35, comporte deux circuits extérieurs de shuntage ; de cette façon, on réajuste éventuellement le gradient de température longitudinal.

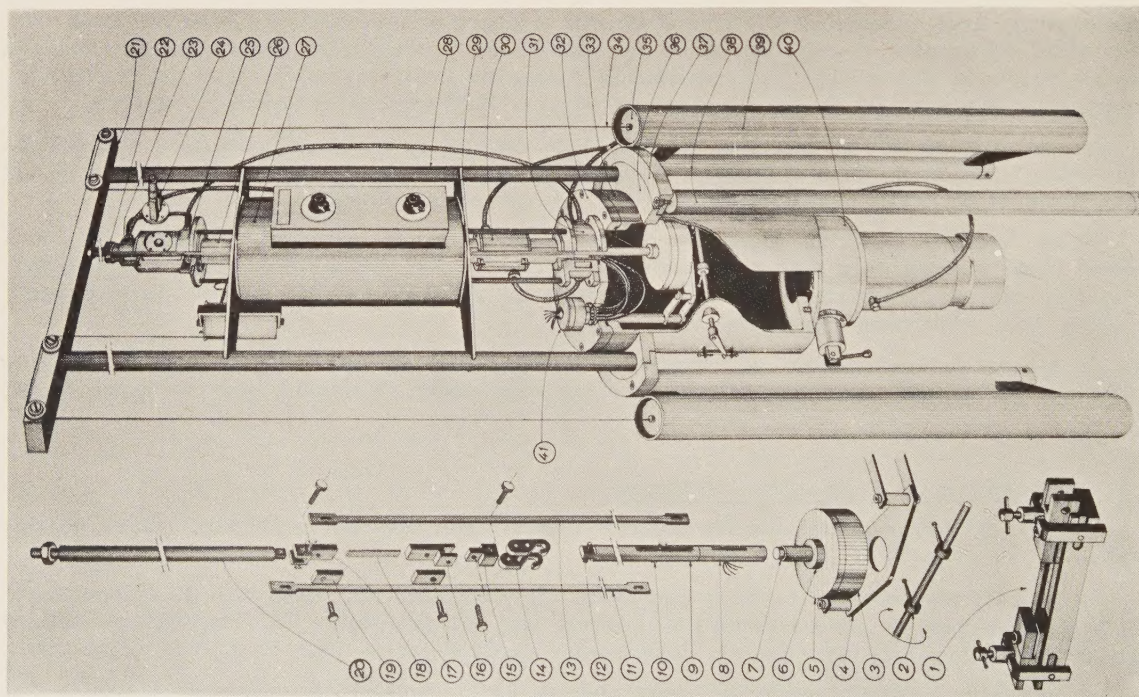


Figure 1 : Vue en éclaté de la machine de fluage, détail de la ligne d'amarrage.

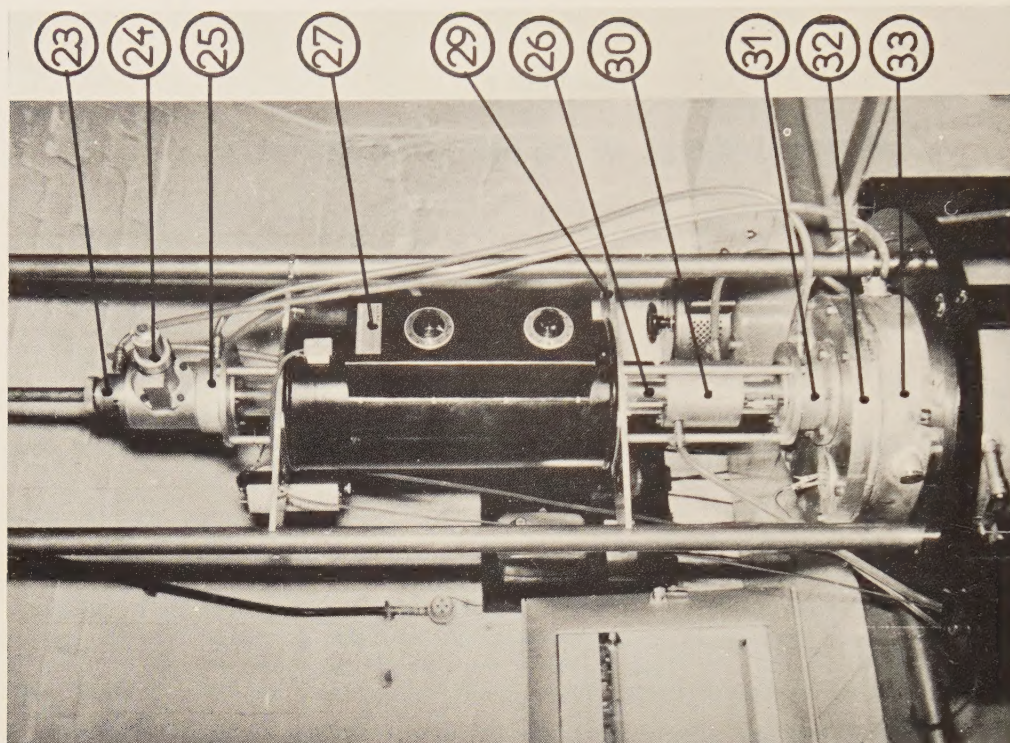


Figure 2 : Ensemble cloche à vide, four et tube laboratoire.

- l'enceinte sous vide est essentiellement constituée d'un tube en quartz transparent 26 et d'une cloche 33. Le tube laboratoire est rendu solidaire des déplacements du four à l'aide de tirants ; sa partie supérieure est coiffée d'une pièce métallique 25 refroidie, que traverse la ligne d'amarrage 20 et sur laquelle est fixée la jauge de mesure du vide 24. Cet emplacement pour la fixation de la jauge est intentionnellement choisi, afin que l'estimation du vide se fasse dans les conditions les plus pessimistes. La partie inférieure du tube de quartz est raccordée au couvercle 32 de la cloche par l'intermédiaire d'une pièce métallique 31 également refroidie ; ce couvercle est percé de passages étanches 41 en araldite destinés à recevoir les fils du thermocouple et des capteurs de déplacement. Les dimensions de la cloche sont prévues de façon à assurer la mise en place de différents dispositifs de charge : soit un ensemble de poids empilés sur la ligne d'amarrage inférieure, soit un système réglable de chaînes.

- la ligne d'amarrage et le dispositif de mise en charge sont représentés sur la partie gauche de la figure 1. Une tige cylindrique 20, en nicral D, de forte résistance mécanique à chaud et de conductibilité thermique médiocre, s'engage dans un perçage de l'entretoise 21.

L'extrémité inférieure de cette tige, fraisée en forme de plat et percée d'un trou, s'encastre dans la mordache supérieure 18, l'accouplement mécanique définitif se faisant au moyen d'une goupille. Sur la mordache 18, deux épaulements soutiennent les bretelles en silice 11 et 13. L'éprouvette 17 est fixée sur les mordaches à face striée 16 et 18 à l'aide de pinces également striées 19 et de vis. La mordache inférieure 16 est goupillée sur une pièce intermédiaire 15 sur laquelle se monte la pièce à crochets 14. Ce dispositif a deux buts essentiels, assurer deux degrés de liberté à la ligne d'amarrage dans deux plans orthogonaux et permettre une fixation facile de la demi-ligne inférieure au moyen de l'axe 12. Formée d'une tige 9 en nicral D, pleine sur une certaine longueur, cette dernière est percée d'un alésage central et comporte des lumières latérales destinées à laisser passer la pièce d'accrochage inférieur 10 des bretelles de silice 11 et 13.

Les deux épaulements de la pièce 10 sont directement solidaires du noyau du capteur dont le corps est placé dans le tube 8. La tige 7, qui supporte les poids 3 et 5, est reliée par filetage à ce tube en laiton ; une fois mis en place, les disques de charge sont bloqués en position au moyen d'une bague 6, afin d'éviter tout coulisement vers le haut lors du soulagement mécanique de la ligne d'amarrage. Il est en effet nécessaire de ne pas appliquer la charge pendant la mise en température de l'éprouvette. A cette fin, un dispositif de relevage a été placé dans la cloche à vide ; il est constitué d'un support 4 relié par deux lames élastiques à deux colonnes fixées au couvercle 32 de la cloche à vide. Si l'on manœuvre l'axe 2, les fourchettes associées à cet axe soulèvent l'ensemble 4 articulé élastiquement et par suite les poids 3, 5, et la demi-ligne d'amarrage inférieure.

1.1.2 - Principe de fonctionnement

Rappelons qu'à l'aide du dispositif employé, la mesure des allongements se fait de façon différentielle et que l'éprouvette n'est pas chargée pendant toute la durée de mise en température, ce qui permet sa libre dilatation ainsi que celle des systèmes d'amarrage. On évite de plus de tordre l'éprouvette lorsqu'on soulage la partie inférieure de la ligne d'amarrage. Les points d'attache du système différentiel sont situés non sur l'éprouvette, mais directement sur les mordaches. Cette disposition, couramment employée dans les essais à température élevée, se justifie d'autant plus que, dans notre cas, la section de l'éprouvette est faible ; de plus, si l'éprouvette étudiée est monocristalline, il va sans dire qu'il est impératif d'éviter toute déformation parasite, même locale.

Le déplacement relatif des mordaches inférieure et supérieure, transmis mécaniquement au capteur, est analysé par l'enregistreur suivant l'un des axes d'une feuille de papier dont l'autre axe se déroule linéairement en fonction du temps.

Le domaine d'utilisation du capteur correspond à un allongement total de l'éprouvette de 6 mm, soit 12 %. Une gamme de sensibilités différentes (de 1 à 6) permet de modifier à tout instant l'amplification des mesures d'allongement ($\times 100$ à $\times 600$), avec un temps de réponse inférieur à 2 secondes. Les charges couramment employées dans nos essais varient de 200 à 8000 g/mm².

Les éprouvettes utilisées avec le dispositif de mordaches précédemment décrit, ont les caractéristiques suivantes : pour une longueur totale de 80 mm et une longueur utile de 50 mm, entre mordaches, elles se présentent sous la forme de plaquettes parallélépipédiques obtenues par découpage dans une tôle laminée de rubans de 0,4 à 1 mm d'épaisseur sur 2,5 à 5 mm de large : leur section varie donc de 1 à 5 mm². Nous avons vérifié à l'aide de repères tracés sur les éprouvettes

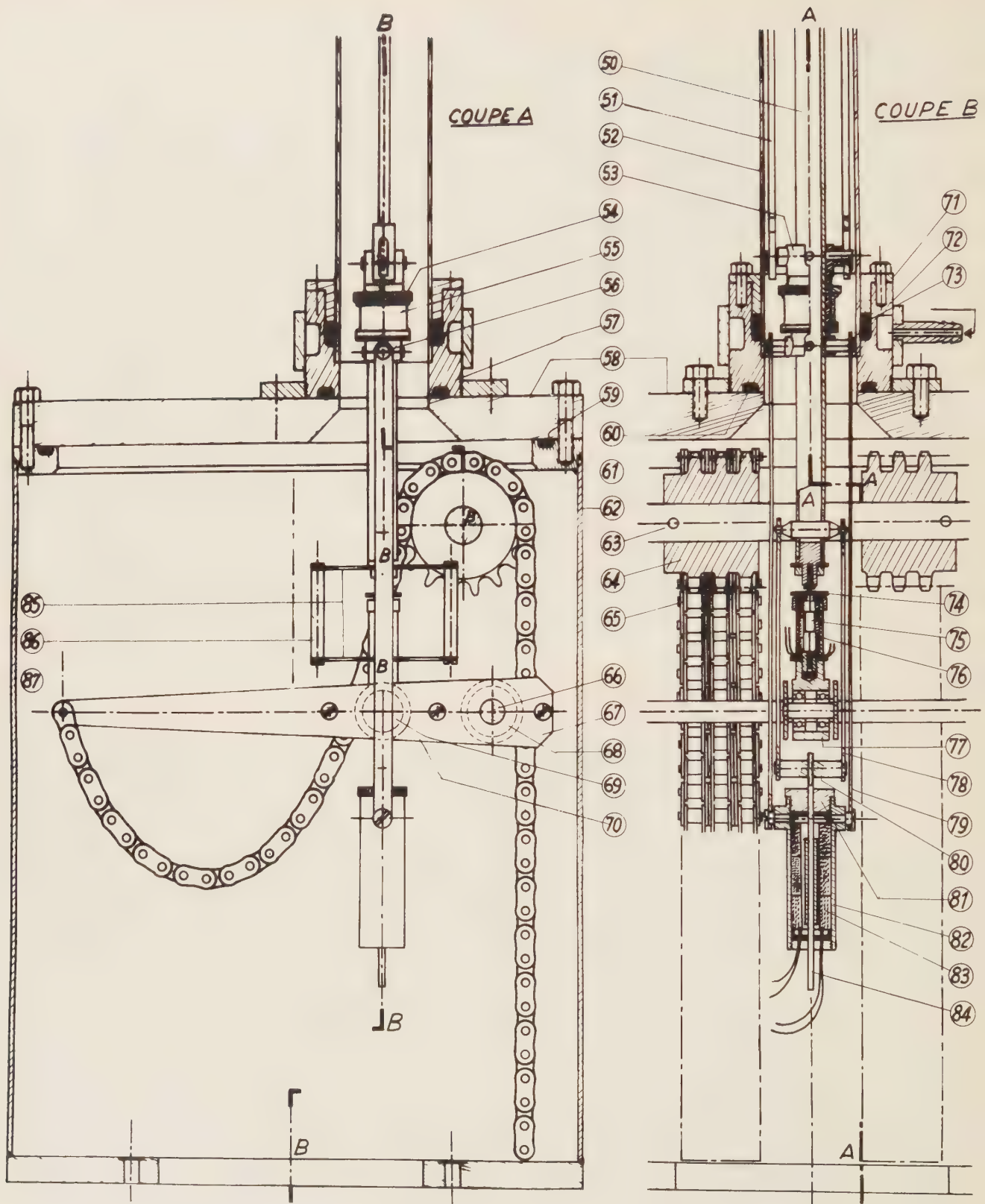


Figure 3 : Système de mise en charge variable.

qu'aucun glissement ne se produisait au cours du fluage dans les mordaches. Le mode de serrage entre surfaces striées sur une longueur de 15 mm, se révèle être largement suffisant entre l'ambiante et 800° C, en raison de la valeur élevée que conserve, à haute température, la limite élastique du matériau utilisé (nicral D). Grâce au banc à gouttière 1 représenté sur la figure 1, nous n'avons observé aucune apparition de macles ou de systèmes de glissement susceptibles de révéler une déformation de l'éprouvette en cours de montage.

1.1.3 - Système de mise en charge variable

Afin de déterminer l'influence de la charge appliquée sur la vitesse de fluage, nous avons mis au point, à partir de la machine précédemment décrite, un système de mise en charge par chaînes représenté sur la figure 3 [4].

Le levier 67, pivotant autour de l'axe 66 fixé sur la cloche à vide 62, soutient à son extrémité 87 les deux chaînes 65. Il comporte au quart de sa longueur, (rapport d'amplification 3 - 1), un axe mobile 69 sur lequel vient s'adapter le dynamomètre de mesure de la charge et sur lequel est fixée la demi-ligne d'amarrage inférieure 50. Le déroulement des chaînes est assuré par deux pignons 64 entraînés par l'axe 63 monté sur la cloche à vide. La charge appliquée est fonction de la déformation d'un dynamomètre à lames d'acier 85 maintenues par des tirants indéformables 86. Un capteur de déplacement dont le corps 76 est solidaire de la pièce inférieure 77 et le noyau 75 de la demi-ligne d'amarrage 50, permet de mesurer la déformation de ces lames dans le domaine élastique de leur utilisation. La mise au zéro de ce capteur s'effectue à l'aide de la molette 74 fixée sur le noyau. Un ensemble de chaînes simples, doubles ou triples et un jeu de lames d'acier de différentes épaisseurs correspondent ainsi à plusieurs gammes de charges, entre 200 et 12 000 g/mm².

La mesure des allongements de l'échantillon est effectuée ici encore en différentiel entre mordaches. Les bretelles de silice 51 s'appuient sur les épaulements de la mordache supérieure (fig. 1) et soutiennent l'ensemble 54-55 relié par l'intermédiaire de bretelles en acier 79 au corps 82 du capteur de mesure des allongements. Le mouvement de la mordache inférieure est transmis par la demi-ligne d'amarrage inférieure 50, les bretelles d'acier 78 et la pièce 80, au noyau 84 de ce même capteur. L'écartement ou le rapprochement des pièces 54-55 vissées l'une dans l'autre, permet la mise au zéro dans les mesures d'allongements. Les caractéristiques d'amplification sont identiques à celles citées ci-dessus dans l'appareillage à charge constante (1 - 1 - 2).

1.2 - VARIETES D'URANIUM UTILISEES

Afin de mettre en évidence l'effet global des impuretés sur les caractéristiques du fluage, nous avons utilisé deux sortes d'uranium de pureté différente. Le premier, dit de pureté nucléaire courante et que nous appellerons par la suite "uranium technique", contient environ 430 ppm d'impuretés diverses, tandis que la seconde variété ("uranium électrolytique") provient de dépôts d'électrolyse refondus sous vide et ne renferme qu'environ 180 ppm (tableau 4). A titre comparatif, les rapports des résistivités de l'uranium technique et de l'uranium électrolytique, à 293° K et 20,4° K, sont respectivement 8 et 25 [5].

Tableau 4

Composition des deux variétés d'uranium étudiées
Teneurs en 10⁻⁶ (p.p.m.) des principales impuretés

Eléments	Al	C	P	Fe	Cu	Cr	K	Si	Mg
U technique	150	90	< 50	22	20	20	20	20	10
U électrolytique	<20	14	< 50	10	< 10	< 4	< 20	12	< 20
Eléments	Na	Ni	Li	Pb	Mn	Cd	Ag	B	O
U technique	< 5	< 4	< 2						
U électrolytique	< 5	< 4	< 2	< 3	< 1	< 0,5	< 0,5	0,1	7

1.3 - OBTENTION DES POLYCRISTAUX

Notre étude a porté sur les plaquettes polycristallines déjà décrites ci-dessus (1 - 1 - 2). Deux catégories d'essais ont été envisagées, sur polycristaux de taille de grain homogène (30 microns) et à gros grain (jusqu'à 250 microns).

1.3.1 - Polycristaux de taille de grain 30 microns

L'uranium technique polycristallin a été laminé à froid par passes de 60 %. Un recuit d'homogénéisation de 48 heures à 640° C donne une grosseur de grain de 30 microns (fig. 5).

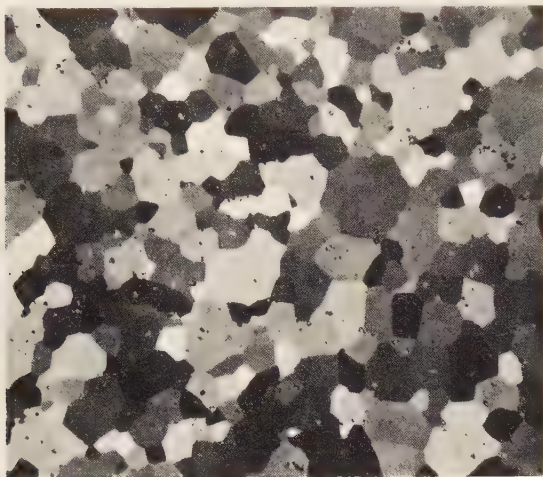


Figure 5 : Uranium technique polycristallin après 48 h de recuit à 640° C. ($\times 150$).

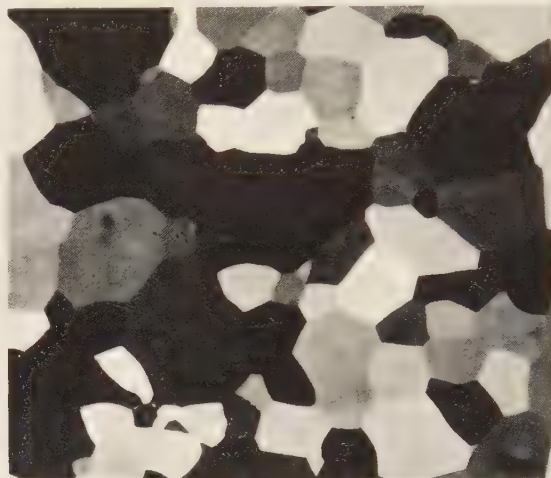


Figure 6 : Uranium électrolytique polycristallin après 48 h de recuit à 640° C. ($\times 150$).

L'uranium électrolytique a subi des laminages à froid successifs de l'ordre de 40 %, entrecoupés de recuits à 600° C pendant 48 heures. Par un dernier recuit d'homogénéisation de 48 heures à 640° C, on obtient une taille de grain moyenne de l'ordre de 30 microns (fig. 6), moins homogène en raison de phénomènes de recristallisation secondaire provoqués par la plus grande pureté du métal.

1.3.2 - Polycristaux de taille de grain variable

Par écrouissage par traction à l'ambiante de plaquettes laminées et recuites d'uranium technique ou électrolytique et recuit de 48 heures à 640° C, on obtient différentes tailles de grain dont les morphologies les plus homogènes correspondent aux taux d'écrouissage les plus élevés (fig. 7). La microstructure des échantillons, au point de vue de la grosseur des grains, reste stable à la suite de recuits plus longs à 640° C. De plus, les grains ne semblent pas présenter de polygonisation identifiable par les techniques d'observation usuelles.

1.3.3 - Polycristaux soumis au fluage en phase β

Avant d'être placés dans l'appareil de fluage, les échantillons ont été portés 10 h à 700° C, puis trempés à l'air. Nous sommes ainsi partis d'éprouvettes à plus gros grains α dus au passage de β en α et non d'une structure α à grains fins obtenue par recristallisation en phase α d'une tôle écrouie. Les contraintes apparues au cours du passage du point de transformation $\beta \rightarrow \alpha$, ont été, dans la mesure du possible, éliminées par un recuit ultérieur de 48 h, à 640° C.

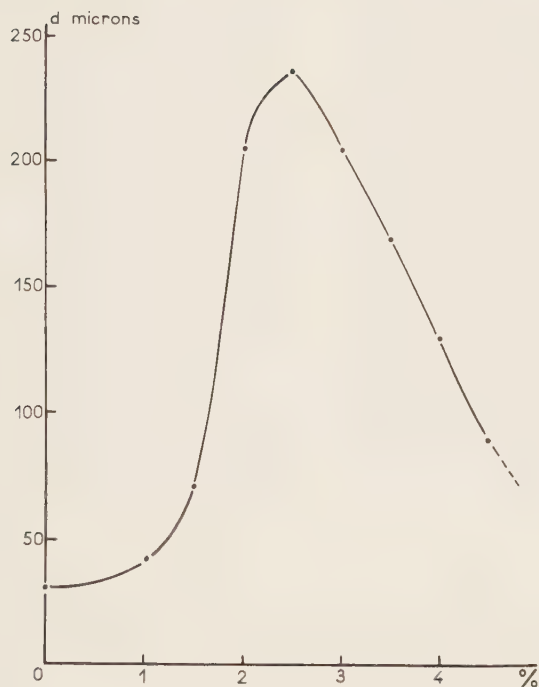


Figure 7 : Variation du diamètre des grains en fonction du taux d'écroutissage par traction à la température ambiante suivie d'un recuit de 48 h à 640° C.

1.4 - PREPARATION DES MONOCRISTAUX

Les monocristaux d'uranium technique et électrolytique ont été préparés par la méthode de changement de phase $\beta \rightarrow \alpha$ [6]. Chaque plaquette, scellée sous vide en tube de silice, franchit le point de transformation en traversant un gradient thermique de l'ordre de 80° C par cm à 663° C. La vitesse de passage à travers ce gradient est 0,8 cm/h [7].

En raison de la forte variation de volume occasionnée par la transformation $\beta \rightarrow \alpha$ et la grande anisotropie de dilatation de l'uranium en phase α , lors du refroidissement, les monocristaux ainsi obtenus sont fortement polygonisés. Les sous-joints sont sensiblement parallèles à l'axe des échantillons et séparent des sous-grains allongés (fig. 8). Comme le montrent l'astérisme des taches d'un diagramme de Laue (fig. 9) et la déviation très faible des macles d'un sous-grain à l'autre (fig. 8), la désorientation de cette sous-structure n'excède pas 5° dans les monocristaux retenus et est particulièrement bien mise en évidence par attaque électrolytique. De plus la formation de cette sous-structure semble être indépendante des conditions expérimentales de préparation des monocristaux ; un recuit ultérieur, aussi prolongé soit-il en phase α , n'entraîne aucune modification morphologique de cette polygonisation, telle qu'elle est mise en évidence par microscopie optique.

1.5 - METHODES D'OBSERVATION DES POLYCRISTAUX ET DES MONOCRISTAUX AVANT ET APRES FLUAGE

A partir d'observations micrographiques, ces différentes méthodes ont pour but de mettre en évidence les systèmes de déformation du métal ainsi que les modifications structurales des grains, au cours du fluage.



Figure 8 : Polygonisation d'un monocristal imparfait d'uranium α . Les sous-grains sont allongés dans le sens du gradient thermique correspondant au passage $\beta \longrightarrow \alpha$. ($\times 100$).



Figure 9 : Diagramme de LAUE d'un monocristal imparfait d'uranium α . L'astérisme des taches de LAUE met en évidence le caractère imparfait du monocristal.

1.5.1 - Polissage électrolytique et attaque thermique

Avant d'être placés dans l'appareillage, les polycristaux et les monocristaux d'uranium sont polis électrolytiquement dans un bain acétochromique refroidi à 8°C (acide acétique 600 cc, eau 60 cc, anhydride chromique 50 g) sous une tension de 16 à 20 volts pendant 5 à 6 minutes. Un gravage ultérieur de 10 minutes sous 4,5 volts dans le même bain permet de mettre en évidence les joints et sous-joints des échantillons, d'autant plus aisément que l'on opère en lumière polarisée [8]. Ce n'est qu'après ce traitement que la section moyenne des plaquettes parallépipédiques est déterminée.

Il est également possible d'observer directement les échantillons après fluage, sans polissage préalable, grâce à l'attaque thermique, concomitante au fluage et d'identifier ainsi les modes de glissement sur monocristaux et les superpositions de structures antérieures et postérieures à la déformation [9].

1.5.2 - Mise en évidence des systèmes de glissement

Les orientations des monocristaux ont été déterminées à l'aide de diagrammes de Laue en retour et les systèmes de glissement par la méthode des lieux de pôles, à partir d'observations micrographiques directement après fluage [10].

Dans le cas des polycristaux, les trop faibles tailles de grains obtenues ne nous ont permis de procéder qu'à des observations micrographiques après fluage, sans pouvoir déterminer l'orientation de ces grains.

CHAPITRE II

FLUAGE DE L'URANIUM α AU-DESSUS DE 520° C

Après quelques rappels théoriques sur les caractères fondamentaux du fluage, nous proposons un mécanisme décrivant le fluage des monocristaux et des polycristaux, en fonction des observations expérimentales effectuées.

2.1 - NOTIONS THEORIQUES

La brièveté des temps de relaxation, dans le cas de processus moléculaires de gaz et de liquides, est telle qu'un état d'équilibre est pratiquement toujours atteint, de sorte que les structures moléculaires correspondantes ne dépendent pas de leur histoire antérieure. Au contraire, lorsqu'il s'agit de métaux à l'état solide, les vitesses de relaxation deviennent si faibles qu'un équilibre total est rarement atteint, sinon satisfait, à basse température. A haute température, l'agitation thermique peut considérablement écourter la durée des phénomènes de relaxation et entraîner une restauration de la sous-structure cristalline à une vitesse suffisamment élevée pour permettre de parvenir à un état d'équilibre.

2.1.1 - Vitesse de fluage

Il devient dès lors possible de décrire le phénomène de fluage par une compétition entre le durcissement du métal dû à la déformation sous contrainte externe et la restauration concomitante provoquée par l'agitation thermique. Pour un état de contrainte donné, tant que le métal se durcit plus vite qu'il ne se restaure, se déroule le stade primaire du fluage. Le stade secondaire ne peut être atteint qu'ultérieurement lorsque ces vitesses deviennent égales et définissent ainsi un état d'équilibre. Le fluage étant donc contrôlé par des processus activés thermiquement, la vitesse de déformation $\dot{\epsilon}_i$ provenant exclusivement d'un mécanisme i donné, peut se mettre sous la forme générale :

$$\dot{\epsilon}_i = f_i (\sigma, T, st) \exp \left[- \frac{h_i (\sigma, T, st)}{kT} \right] \quad (1)$$

où - σ désigne la tension appliquée

- T , la température absolue

- st , le facteur permettant de définir la microstructure du métal antérieure au fluage, éventuellement modifiée par le mécanisme de restauration. Ce terme décrit tous les aspects de cette micro-structure, tels que le nombre et l'arrangement des dislocations, le type et la dispersion des précipités et des impuretés, la taille et la morphologie des grains et des sous-grains ... Si, dans cette équation (1), le temps t ne figure pas, il est néanmoins implicitement contenu dans le terme de sous-structure, puisque certains de ces paramètres sont susceptibles de varier au cours de la déformation.

- f_i , le facteur de fréquence du phénomène, dépendant de la tension, de la température et de la sous-structure.

- h_i , l'enthalpie d'activation de la réaction i . Cette dernière grandeur peut être aisément confondue avec l'énergie d'activation pour le fluage du mécanisme i , puisque la pression externe

n'a qu'une très faible influence sur le phénomène. L'énergie d'activation elle-même dépend de façon générale de la tension, de la température et de la sous-structure.

- k , la constante de Boltzmann ou celle des gaz parfaits suivant le système d'unités choisi.

Si les différents processus de déformation se succèdent, la vitesse de fluage résultante est contrôlée par le mécanisme le plus lent. Si, au contraire, la vitesse de fluage totale dépend de mécanismes simultanés mais indépendants, sa valeur sera égale à la somme des vitesses partielles correspondant à chaque mécanisme [11].

2.1.2 - Energie d'activation de fluage

A basse température, des fluctuations thermiques de valeur suffisante pour provoquer des processus à haute énergie d'activation ne se produisent qu'à une fréquence beaucoup trop faible, pour pouvoir contribuer de façon majeure à la déformation du métal ; seul intervient le mécanisme le plus facile à activer thermiquement, c'est-à-dire celui dont l'énergie d'activation est la plus faible [12]. Lorsque la température augmente, de tels mécanismes, faciles, deviennent si rapides qu'ils provoquent l'allongement instantané du matériau lors de la mise en charge. La déformation ultérieure dépend uniquement de processus nouveaux, d'énergie d'activation plus grande. Il est ainsi possible de mettre en évidence des domaines de température dans lesquels chaque mécanisme de déformation peut se trouver tour à tour prédominant. L'un des buts essentiels de toute théorie du fluage revient à analyser l'interdépendance entre le facteur de fréquence et l'énergie d'activation, vis-à-vis des variables mécaniques, thermiques et structurales, pour chacune des réactions de dislocations engendrées par la contrainte et l'agitation thermique. On remarquera à ce titre que seuls les mécanismes dont l'énergie d'activation est inférieure à 50 kT environ, ont une fréquence suffisante pour contribuer effectivement à la déformation. D'autres processus tout aussi importants, mais d'énergie d'activation beaucoup trop forte, ne deviennent actifs qu'en appliquant des tensions élevées, afin de pallier l'insuffisance de l'agitation thermique [13].

Considérant que, dans notre étude, les charges, relativement faibles, appliquées en cours d'essai sont toujours inférieures à $10^{-3} G$, (où G désigne le module de cisaillement du métal) et que les températures des échantillons sont supérieures à $100^\circ C$, les phénomènes de fluage sont toujours contrôlés par des mécanismes d'origine uniquement thermique [14]. Les forces appliquées étant trop faibles pour produire seules un mouvement de dislocations, certains obstacles à une déformation ultérieure ne peuvent être franchis en l'absence d'un supplément énergétique fourni par des fluctuations thermiques locales.

2.1.3 - Mesure de l'énergie d'activation

Etant donné que les variations du facteur de fréquence en fonction de la température sont toujours faibles et n'interviennent que de façon logarithmique, leur effet est négligeable. En outre, nous pouvons aisément confondre enthalpie et énergie d'activation pour le fluage, en raison du peu d'influence exercée par la pression externe. Par dérivation de l'équation (1) par rapport à la température, on obtient

$$h_i \simeq Q_i = - k \frac{\delta L_a e_i'}{\delta (1/T)} \quad (2)$$

où Q_i désigne l'énergie d'activation pour le fluage correspondant au mécanisme i .

La détermination de Q_i et l'étude de ses variations en fonction des paramètres (température, contrainte et sous-structure), permettent de distinguer les divers mécanismes de fluage possibles, puisque les théories de la déformation sont susceptibles de donner ou d'estimer ces valeurs pour différents processus [15].

Afin de déterminer expérimentalement les valeurs d'énergie d'activation, deux méthodes sont appliquées [16] :

- l'une, absolue : on compare les vitesses de fluage à un même allongement e , entre deux essais de fluage à différentes températures. On suppose implicitement que, pour un même allongement, les valeurs du paramètre sous-structure sont identiques, ce qui n'est pas toujours le cas, car on néglige ainsi l'histoire mécanique et thermique antérieure du métal.

- l'autre, relative : elle consiste à imposer à l'échantillon une variation rapide de température, de l'ordre de quelques degrés, de façon à ne pas affecter la sous-structure du métal. On compare les vitesses de fluage avant et après ce changement de température, ce qui permet de déterminer l'énergie d'activation [17].

Pratiquement, cette méthode, préconisée par DORN, consiste à laisser fluier l'échantillon sous tension constante à une température T_1 , puis à élever (ou abaisser) brusquement la température à une valeur T_2 , et à laisser fluier l'échantillon à cette nouvelle température. La différence ΔT est de l'ordre de 20°C , de façon à éviter toute modification importante de la sous-structure du métal. On détermine les vitesses de fluage e'_1 et e'_2 aux températures respectives T_1 et T_2 , en se plaçant à l'allongement correspondant à l'instant du changement de température. Dans ces conditions, pour des variations de température de faible amplitude, l'équation (2) donne :

$$Q = R \frac{T_1 T_2}{\Delta T} L_n \frac{e'_2}{e'_1} \quad (3)$$

où $R \approx 2$ désigne la constante des gaz parfaits, si Q est exprimé en calories/mole.

Dans notre appareillage, pour un changement de température de 20°C (aux environs de 500°C), la température de l'échantillon varie de 17°C pendant les trois premières minutes et n'atteint sa valeur finale qu'au bout de quinze minutes. Les échanges thermiques entre le four et l'échantillon s'effectuent uniquement par rayonnement et l'uniformisation de la température reste conditionnée par les déperditions de chaleur par conductibilité thermique dans les mordaches et la ligne d'amarrage. On conçoit par ailleurs qu'il soit nécessaire d'extrapoler les courbes expérimentales obtenues, afin de déduire, de l'allongement total observé, la part d'allongement due à la dilatation de l'éprouvette dans l'intervalle de température ($T_1 - T_2$).

En outre, afin que la méthode relative soit applicable, la variation de température ΔT ne doit provoquer aucune apparition de contraintes internes. Remarquons à ce titre, qu'en dépit du caractère fortement anisotrope de l'uranium α , les monocristaux même imparfaits et les polycristaux à texture d'orientation prononcée présentent des cycles dilatométriques réversibles [18]. En conséquence on peut penser que nos éprouvettes, présentant cette structure ne seront pas le siège de contraintes internes nouvelles par rapport à l'état initial, après passage de la température T_1 à la température T_2 .

On remarquera également que la détermination des énergies d'activation, à l'aide de la méthode évoquée, peut être faite aussi bien pendant le fluage primaire que pendant le fluage secondaire. Nous reproduisons figure 10 un exemple de courbes de fluage d'uranium polycristallin à diverses températures sous même charge. Les changements de températures ont eu lieu en A et en B.

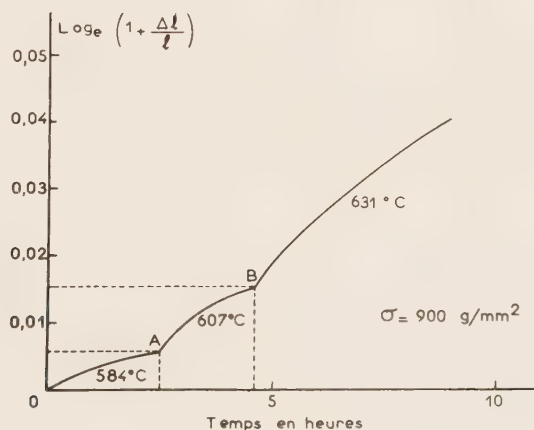


Figure 10 : Influence de la température sur une courbe de fluage à tension constante. Les changements de température ont eu lieu en A et B.

2.2 - RAPPEL DES RESULTATS ANTERIEURS

Dans le cas des polycristaux d'uranium technique comme d'uranium électrolytique, ANDRE a montré l'existence d'un palier d'énergie d'activation de 42 000 cal/mole, au-dessus de 520° C, valeur en accord avec celle déterminée pour l'autodiffusion de l'uranium α mesurée par radiotraceurs [19] ; la vitesse de fluage secondaire varie avec la tension suivant une loi de la forme $e' = C \cdot \sigma^n$ ($n \simeq 2$) ; la déformation par fluage crée un réseau de sous-grains de grande dimension. Ces différentes observations confirment que le mécanisme contrôlant le fluage de l'uranium polycristallin dans le domaine de températures (520-650° C) est la montée des dislocations-coins [20].

Par contre, l'étude de monocristaux imparfaits montre que les valeurs de l'énergie d'activation pour le fluage au-dessus de 520° C varient entre deux limites dont la valeur moyenne est 65 000 cal/mole pour l'uranium technique et 55 000 cal/mole pour l'uranium électrolytique. La déformation par fluage ne crée aucun sous-grain nouveau à l'intérieur des sous-grains initiaux, apparus lors du changement de phase $\beta \longrightarrow \alpha$. Le fluage des monocristaux est contrôlé par un mécanisme de dislocations mettant en jeu leur montée hors des plans de glissement par diffusion et leur réarrangement ultérieur au sein des sous-joints antérieurs au fluage [21].

Afin de préciser ces différentes observations, nous nous sommes attachés, pour les deux nuances d'uranium étudiées, à déterminer l'influence de variations de la charge en cours d'essai, pendant la période de fluage primaire, et de la taille des grains sur la vitesse de fluage.

2.3 - OBSERVATIONS EXPERIMENTALES

2.3.1 - Energie d'activation

Les essais effectués sur nos échantillons, au-dessus de 520° C confirment les résultats obtenus par ANDRE [22], pour les polycristaux et les monocristaux imparfaits d'uranium technique et électrolytique (tableaux^(*) I, II, III, IV et fig. 28, 29, 30, 31, voir 3 - 1 - 2).

2.3.2 - Variations de charge

Nous avons procédé à des variations de charge appliquée en cours d'essais isothermes, au-dessus de 520° C, pendant la période de fluage primaire. Ces expériences ont porté à la fois sur des polycristaux et sur des monocristaux d'uranium technique et électrolytique. Les tableaux VI, VII, VIII, IX rassemblent les résultats obtenus, tandis que les figures 11 - 12 - 13 - 14 présentent des exemples de courbes :

$$\log e' = f(\log \sigma)$$

La pente des droites ainsi tracées est voisine de 4, dans chaque cas, à quelque température que l'on se place dans le domaine 520-660° C. La loi de variation de la vitesse de fluage primaire en fonction de la charge appliquée peut se mettre sous la forme :

$$e' = A (\text{st}) \sigma^4 \exp(-Q/RT)$$

Ainsi le mécanisme de déformation contrôlant le fluage primaire de l'uranium α ne dépend pas de la sous-structure du métal antérieure au fluage et est analogue, qu'il s'agisse de polycristaux ou de monocristaux imparfaits d'uranium technique ou électrolytique. Seules dépendent de ce facteur sous-structure, la vitesse de fluage instantanée et l'énergie d'activation.

2.3.3 - Influence de la taille des grains

Nous avons soumis au fluage, sous même charge (1300 g/mm²) et même température (630° C), cinq échantillons de taille de grain homogène, mais variant d'un facteur 8 environ, soit de 30 à 230 microns. Nous avons vérifié que ces échantillons, après écrouissage à froid suivi d'un recuit de relâchement des contraintes et de recristallisation (48 heures à 640° C), se trouvaient dans le

(*) Les différents tableaux sont placés en annexe.

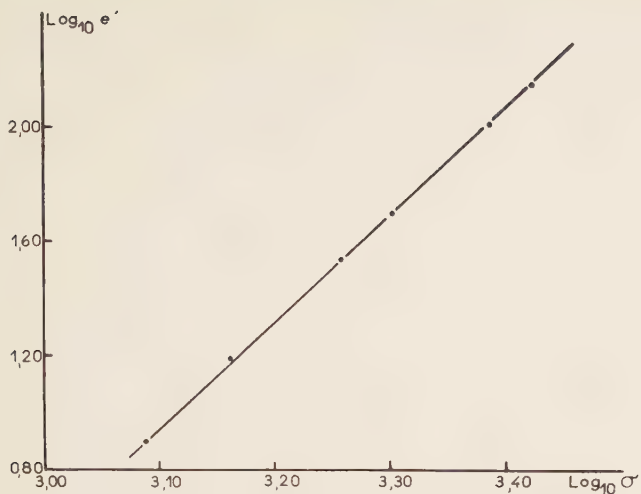


Figure 11 : Variations de charge sur uranium technique polycristallin, Ech. 14 - 556° C - n = 3,8.

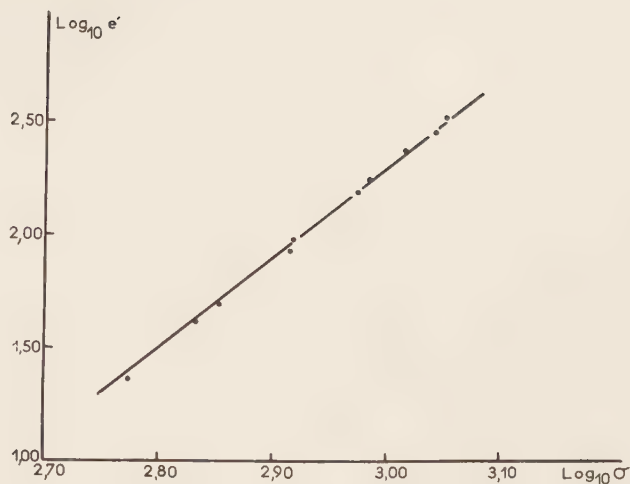


Figure 12 : Idem sur uranium électrolytique polycristallin, Ech. 18 - 602° C - n = 4,0.

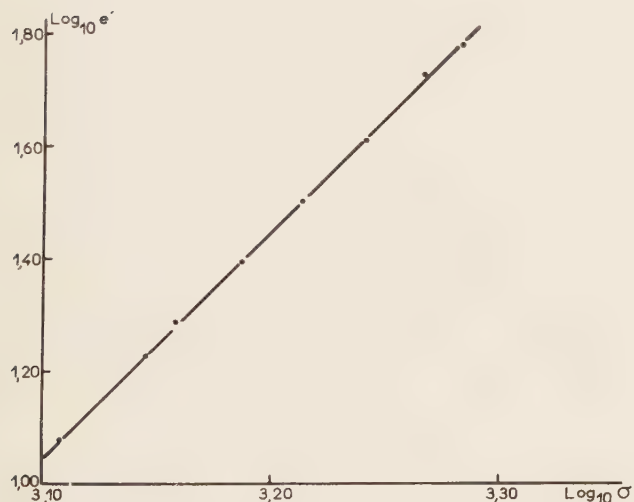


Figure 13 : Variations de charge sur uranium technique monocristallin, Ech. 22 - 610° C - n = 4,1.

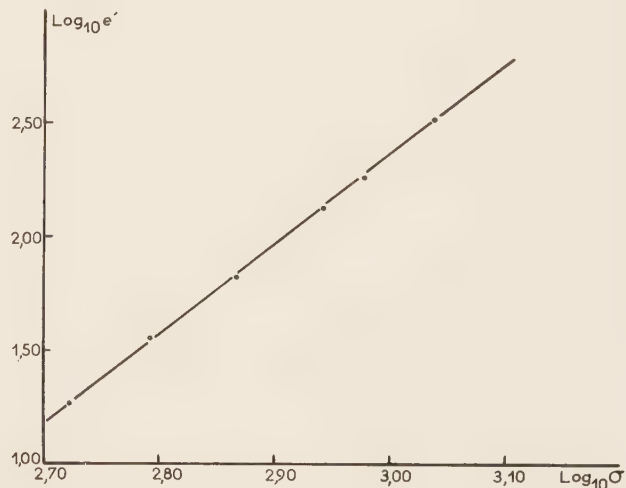


Figure 14 : Idem sur uranium électrolytique monocristallin, Ech. 24 - 544° C - n = 4,0.

même état de contrainte initial ; les résultats obtenus sont en effet identiques pour des éprouvettes de même taille de grain, mais écrouies à froid à des taux différents et placées de part et d'autre de la courbe en cloche d'écrouissage (fig. 7, voir 1 - 3 - 2). Si, au préalable, le métal a été déformé à froid sans recuit ultérieur, la déformation plastique ainsi introduite modifie considérablement la vitesse de durcissement du métal, et par là-même la vitesse de fluage à la température d'essai considérée [23].

Sur les figures 15 et 16 résumant les résultats du tableau ci-dessous, nous constatons :

- que la variation de la vitesse de fluage secondaire en fonction du diamètre d du grain est de la forme :

$$e' = \text{Cste} \times \left(\frac{1}{d}\right)^{1,25}$$

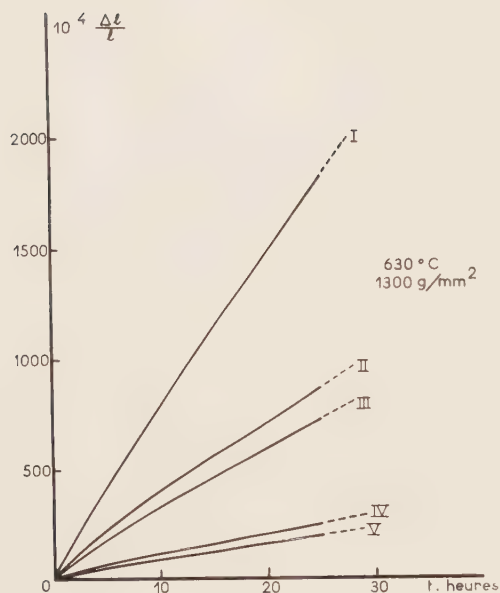


Figure 15 : Courbes de fluage

I :	30 Microns.	Ech. :	28
II :	70 "	"	29
III :	90 "	"	30
IV :	170 "	"	31
V :	230 "	"	32

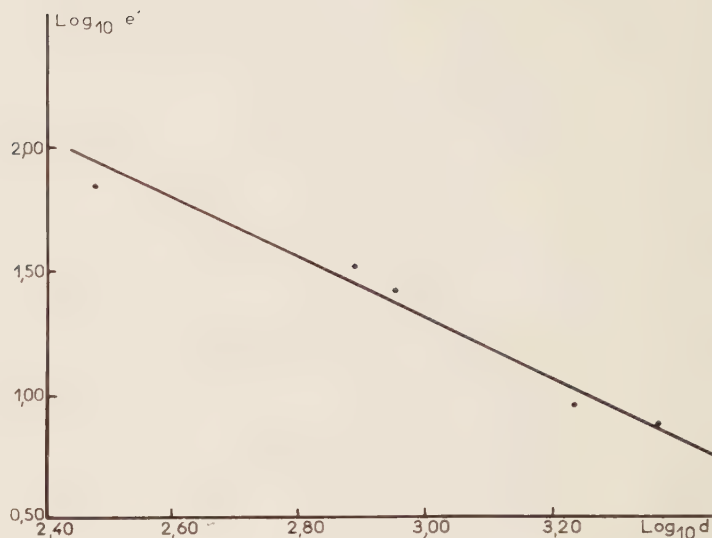


Figure 16 : Variation de la vitesse de fluage secondaire en fonction de la taille du grain. - pente : 1,25.

- que la durée de fluage primaire est constante quelle que soit la taille du grain.

Echantillon	28	29	30	31	32
Diamètre de grain en microns	30	70	90	170	230
e' en $10^4 \Delta l/l/h$	70	31	26	9	7,5
Durée de fluage en heures	20	20	20	20	20

D'autre part, sous charge constante, l'étude de la variation de la vitesse de fluage en fonction de la température montre que l'énergie d'activation est indépendante de la taille de grain (200 microns dans ce cas). La figure 17 et le tableau V rassemblent ces résultats. La valeur moyenne obtenue, voisine de 42 000 cal/mole, correspond à l'énergie d'activation pour l'autodiffusion de l'uranium en phase α .

Des observations micrographiques effectuées sur échantillons d'uranium technique indiquent la formation par fluage d'un réseau de polygonisation à larges mailles, identique à celle observée par ANDRE dans le cas d'uranium électrolytique à gros grain [20]. Nous n'avons pu montrer l'existence d'une taille limite pour ces cellules de polygonisation, bien qu'elles n'apparaissent plus dans les échantillons dont le diamètre des grains avoisine 30 microns. Nous n'avons jamais observé, en outre, de recristallisation en cours de fluage, quelle que soit la morphologie des structures étudiées.

2.3.4 - Influence de la pureté

Nous reportons figure 18 les courbes de fluage sous même charge (1300 g/mm²), à même température (550° C), de deux échantillons de structure homogène et identique (taille de grain, 30 microns), mais de degré de pureté différent. Si, pour l'uranium technique et l'uranium élec-

trolytique, les durées de fluage primaire sont les mêmes, ce dernier se déforme beaucoup plus rapidement, que l'on se place pendant les périodes de fluage primaire ou secondaire. Les vitesses de fluage secondaire sont sensiblement dans le rapport 2. Le tableau ci-dessous rassemble ces résultats.

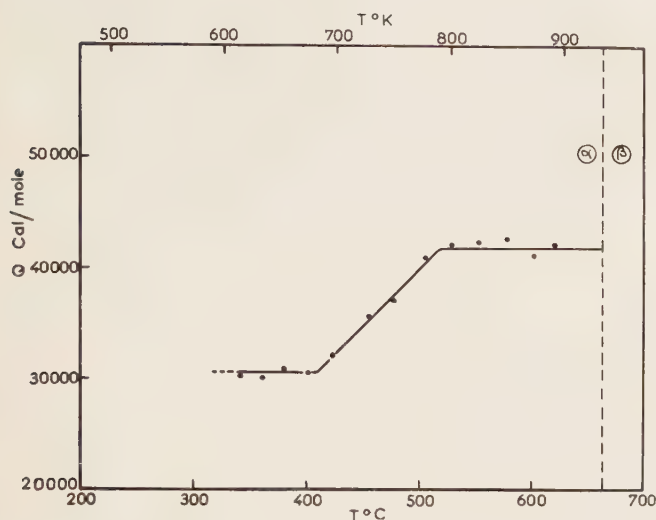


Figure 17 : Energies d'activation pour le fluage de l'uranium technique à gros grains, soit 230 microns.

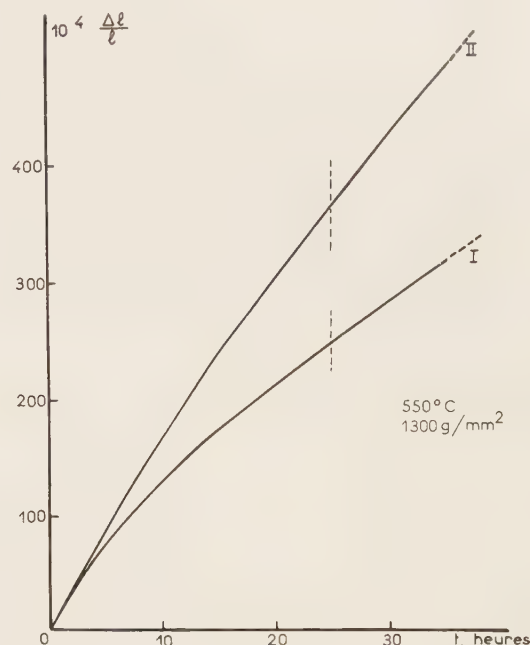


Figure 18 : Courbes de fluage à 550° C pour l'uranium polycristallin :

I : technique. Ech. 33
II : électrolytique. Ech. 34

Echantillon	Pureté	Fluage primaire (heures)	Allongement en $10^4 \Delta l/l$ après 25 h	après 35 h	$e' 10^4 \Delta l/l/h$
33	Technique	25	255	350	9,5
34	Electrolytique	25	310	475	16,5

2.3.5 - Participation du fluage intergranulaire dans l'allongement total

Nous avons tenté de déterminer dans quelle mesure les joints de grains d'un échantillon polycristallin participent à l'allongement total observé par fluage. Dans ce but, nous avons laissé fluer sous 850 g/mm² à 600° C, un échantillon (n° 35) d'uranium technique, dont la taille des différents grains varie de 30 à 200 microns environ. Avant d'être placé dans l'appareil de fluage, nous avons réalisé à la surface de cet échantillon poli électrolytiquement deux sortes de repères ; à l'aide d'un microduromètre, des empreintes ont été placées sur les joints des grains et dans leur voisinage immédiat d'une part et des stries peu profondes d'autre part traversent un gros grain entouré de grains de diamètre égal à 30 microns. Par observation de la même plage après différentes durées de fluage, nous avons suivi l'évolution de ces repères au cours de la déformation. L'ordre chronologique des différentes opérations est le suivant :

- examen micrographique d'une plage de cet échantillon avant fluage sur échantillon poli électrolytiquement (fig. 20 a et fig. 21 a).

- montée à 600° C de l'échantillon dans l'appareillage et fluage de 20 h à 600° C sous 850 g/mm². (partie AB de la fig. 19).

- refroidissement à la température ambiante de l'échantillon déchargé et observation micrographique de la même plage sur structure d'attaque thermique, directement après fluage (fig. 20 b).



Figure 19 : Courbe de fluage de l'échantillon 35. Premier fluage suivant AB. En B, refroidissement à la température ambiante de l'échantillon déchargé, puis examen micrographique et montée en température à 600° C. Second fluage suivant BC.

- montée à 600° C de l'échantillon dans l'appareillage et fluage de 40 h à 600° C sous 850 g/mm² (partie BC de la fig. 19).

- refroidissement à la température ambiante de l'échantillon déchargé et observation micrographique dans les mêmes conditions que ci-dessus (fig. 20 c et 21 b).

L'examen micrographique des empreintes sur joints de grains (fig. 20 a-b-c) n'indique aucune modification sensible de leur profil, quelle que soit l'orientation des joints par rapport à l'axe de la déformation.

On n'observe sur les figures 21 a et b, ni modification sensible de la forme et de la direction des rayures, ni recristallisation par fluage, du moins pour la durée de nos expériences voisine de 60 h, mais un déchaussement de certains grains par rapport à leurs voisins, ce qui implique un glissement visqueux intergranulaire.

Sur les figures 20 et 21, l'attaque thermique révèle un réseau de polygonisation très lâche, ainsi qu'un faible élargissement des joints de grains. Certains cristaux, orientés de façon défavorable par rapport à l'axe de fluage, n'ont subi aucune déformation décelable tandis que la surface d'autres grains présente de nombreuses bandes de glissement.

Ces différentes observations micrographiques, effectuées à des temps de fluage variables, toutes choses égales par ailleurs, tendent à montrer que les joints de grains ne contribuent que de façon mineure à l'allongement de fluage.

En outre l'examen de la figure 19 indique :

- que, suivant AB, le fluage se déroule à vitesse de déformation décroissante, caractéristique d'un stade primaire,

- que, dans le second essai de fluage, la courbe obtenue BC se termine par une droite, de même pente que la tangente menée en B à la première courbe AB. Il apparaît donc suivant BC les périodes primaire et secondaire du fluage et l'identité des pentes en fin de chaque courbe montre que le premier fluage a été mené jusqu'à la limite du stade primaire en B.

Au cours du réchauffage de la température ambiante à 600° C entre les deux essais de fluage, l'échantillon n'est soumis à aucune charge, de sorte que les contraintes internes dues au premier

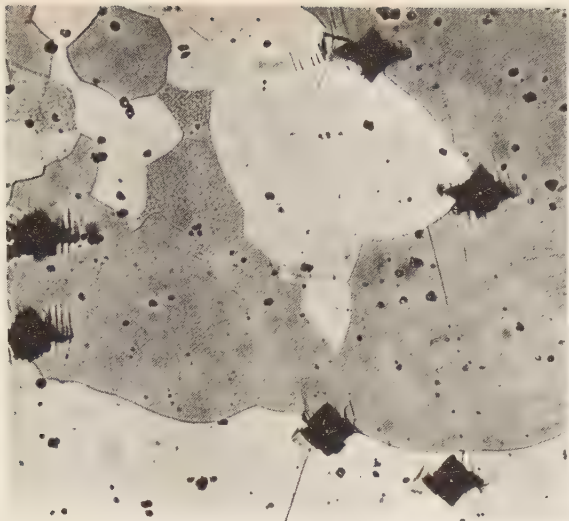


Figure 20 a : Echantillon 35 observé avant fluage . Les empreintes sur les joints sont des pyramides effectuées avec un micro-duromètre. ($\times 300$).

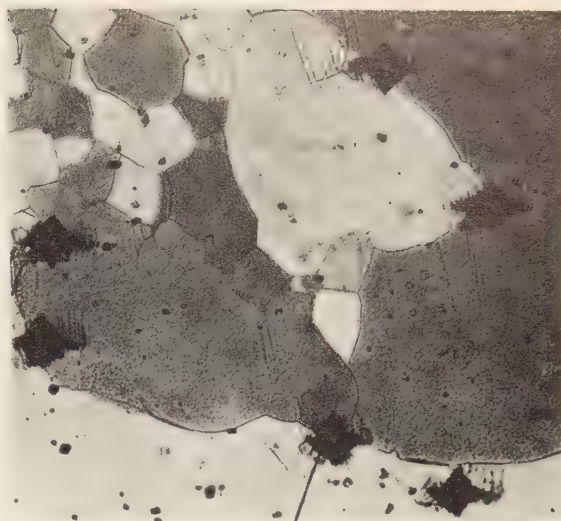


Figure 20 b : Même plage directement observée après 20 heures de fluage à 600°C . ($\times 300$)

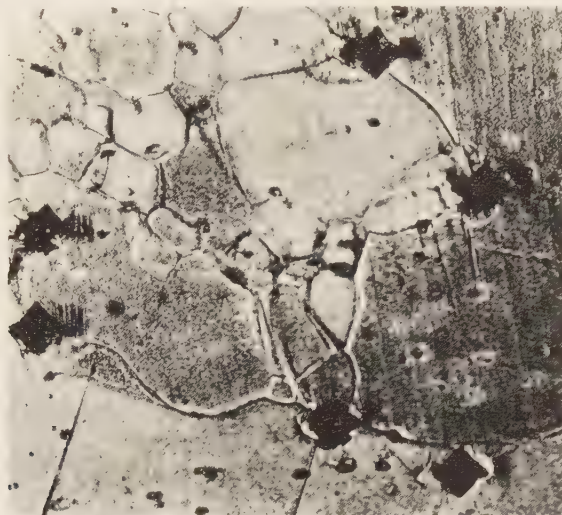


Figure 20 c : Même plage directement observée après 60 heures de fluage à 600°C . On remarquera l'élargissement des joints et le déchaussement des grains, sans modification apparente du profil des empreintes. ($\times 300$).



Figure 21 a : Même échantillon observé avant fluage . Les deux stries peu profondes traversent plusieurs grains de taille très différente. ($\times 75$).

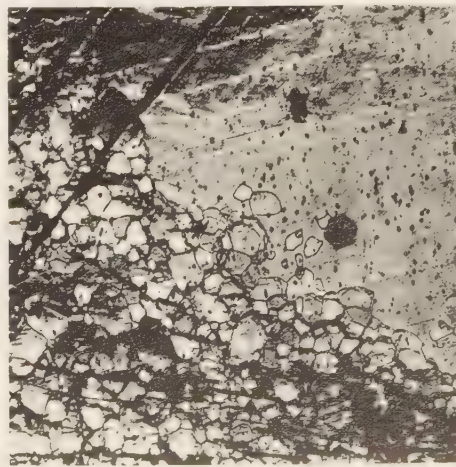


Figure 21 b : Même plage directement observée après 60 heures de fluage à 600°C . Aucune recristallisation ne s'est produite en cours de fluage. La position et la forme des stries n'ont pas varié. ($\times 75$).

fluage et au refroidissement peuvent être relâchées. Il s'agit en ce cas d'un recuit de détente que nous appellerons "statique", ce qui explique qu'une nouvelle mise en charge, à la fin de ce recuit "statique" fasse réapparaître le stade primaire du fluage en B, suivant BC. L'état d'équilibre (fluage secondaire) entre les vitesses de durcissement et de restauration "dynamique" du métal, sous l'action d'une charge extérieure, n'est atteint qu'ultérieurement après une quinzaine d'heures.

2.3.6 - Participation du fluage au niveau des sous-joints dans l'allongement total

Au cours du fluage de monocristaux imparfaits d'uranium technique, ANDRE n'a jamais observé, du moins par les méthodes micrographiques, de migration de sous-joints ni de formation de cellules de polygonisation, mais a mis en évidence la désorientation des sous-grains préexistants, par modification de l'astérisme des taches sur des diagrammes de Laue [20]. Des essais similaires effectués sur monocristaux d'uranium électrolytique, présentant également une forte polygonisation antérieure au fluage, due au changement de phase $\beta \rightarrow \alpha$, conduisent à des observations sensiblement différentes, en raison de la pureté de ce dernier matériau.

L'examen de la micrographie 22, prise directement après fluage, montre que :

- ce monocristal s'est déformé, suivant le système de glissement facile à haute température (001) [100], conformément à la loi de SCHMID.
- les sous-grains se sont fortement désorientés au cours de la déformation, comme l'indique la déviation des lignes de glissement d'un sous-grain à l'autre.
- la déviation de ces lignes de glissement est encore plus fortement marquée au voisinage des sous-joints ; ces derniers se comportent comme des barrières sévères au mouvement des dislocations dans le métal, en créant des champs de contraintes locales en retour importants.

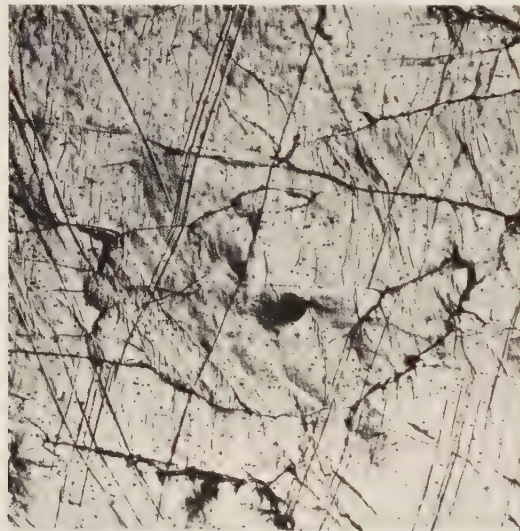


Figure 22 : Monocristal d'uranium électrolytique observé directement après fluage à 620° C. Ech. 26. On notera la désorientation des différents sous-grains matérialisée par les déviations des lignes de glissement et des macles d'origine thermique. ($\times 75$).

- les macles observées sont vraisemblablement d'origine thermique, et non mécanique, dues à la mise en chauffe et au refroidissement de l'échantillon, puisqu'elles interviennent seulement dans la déformation à basse température. [24].
- les sous-joints, fortement gravés par attaque thermique, se sont élargis sous l'effet de la contrainte appliquée.
- il semble qu'une polygonisation nouvelle ait été créée par la déformation sans qu'il soit possible toutefois de préciser si cette polygonisation additionnelle très lâche existait ou non avant fluage.

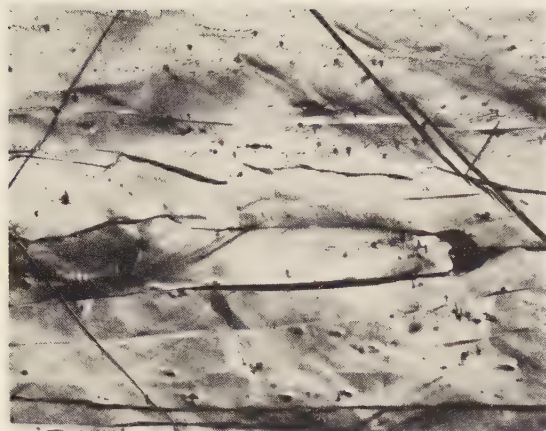


Figure 23 : Monocristal d'uranium électrolytique observé après fluage à 600° C. Ech. 36. Les sous-grains sont fortement révélés et les sous-joints se sont élargis au cours de la déformation. ($\times 150$).



Figure 24 : Détail de la plage A. La migration du sous-joint est la plus marquée perpendiculairement à l'axe de la déformation pris horizontalement. ($\times 400$).



Figure 25 : Même échantillon. Face opposée à celle observée sur la figure 23.

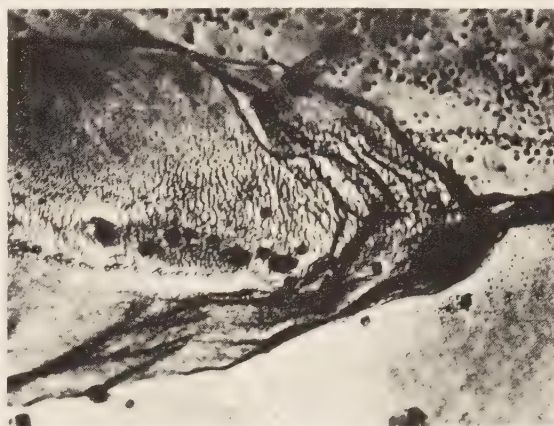


Figure 26 : Même échantillon. Détail. On notera l'influence jouée par la ligne d'impuretés. La migration du sous-joint perpendiculairement à l'axe de fluage pris horizontalement, s'est effectuée principalement vers la gauche.

Un second échantillon (n° 36), observé directement après 40 heures de fluage à 600° C sous 1 550 g/mm², (fig. 23 et 25), s'est déformé suivant le glissement (001) [100]. Les sous-grains sont là-encore fortement révélés, bien que de désorientation plus faible. On remarque par contre un élargissement très net des sous-joints parallèles à l'axe de fluage et leur migration perpendiculairement à cet axe (fig. 24 et 26). Au voisinage des points triples des sous-joints (fig. 26), cette migration entraîne une forte concentration de contraintes, comme le montrent l'élargissement possible du sous-joint parallèlement à l'axe de fluage et les nombreuses lignes de glissement sinueuses dans le sous-grain. On notera également l'influence majeure due à la ligne d'impuretés qui prolonge la zone de contraintes locales formée par le sous-joint.

Ainsi la concentration en impuretés de l'uranium étudié, facteur susceptible de réduire la mobilité des sous-joints préexistant au fluage joue un rôle prépondérant dans leur possibilité de déplacement au cours de la déformation et dans leur action comme puits pour les dislocations émises sous l'effet des contraintes appliquées. Les migrations très réduites observées proviennent vraisemblablement de la densité d'impuretés encore trop élevée dans le métal (180 ppm). Rappelons que sur des monocristaux imparfaits d'uranium technique, de moins grande pureté (500 ppm), ANDRE n'a jamais observé de migration de sous-joints (3).

2.4 - DISCUSSION DES RESULTATS

Nous traitons successivement le cas des polycristaux et celui des monocristaux, pour les deux qualités d'uranium envisagées, et nous proposons une interprétation des mécanismes intervenant en fluage primaire et secondaire pour les températures supérieures à 520° C et pour les faibles tensions appliquées.

2.4.1 - Polycristaux

Entre autres paramètres, la valeur de l'énergie d'activation pour le fluage (42 000 cal/mole), la température de début du palier (520° C), l'exposant de la loi des tensions (4 en fluage primaire, 2 en fluage secondaire) sont identiques pour l'uranium polycristallin, soit technique, soit électrolytique, ce qui tend à prouver que les mécanismes de déformation par fluage sont les mêmes dans ces deux cas. La pureté du métal intervient, à égalité de température et de charge sur la seule cinétique du fluage.

2.4.1.1 - Fluage primaire

Tout au long de cette période de fluage primaire, les dislocations en mouvement dans le métal interagissent ou forment avec les impuretés des barrières à tout déplacement ultérieur. Puisque la concentration en obstacles augmente, la densité de dislocations en mouvement diminue et la vitesse de fluage décroît continûment. Suivant la nature vis ou coin de ces dislocations, leur mobilité obéit à des lois différentes. Tant que les dislocations-vis ne présentent pas de crans stables, sources de dislocations ultérieures, elles se déplacent aisément dans le métal. Au contraire, pendant cette période primaire, les dislocations-coins peuvent se comporter différemment : soit elles se bloquent sur les impuretés et les joints de grains, soit elles forment, étant de signe opposé des dipôles par glissement sur des plans voisins. Dans ces deux derniers cas, seule la montée par diffusion des dislocations-coins, hors de leur plan de glissement, leur permet de s'échapper ou de s'annihiler [25]. Ainsi se forment au voisinage des impuretés, en forte teneur dans le métal, de nombreux écheveaux de dislocations, par interaction de dipôles et de dislocations en mouvement. LETEURTRE a en effet observé par écrouissage d'uranium électrolytique, à la température ambiante comme à haute température, la présence d'écheveaux, de dipôles et de dislocations présentant de nombreux crans [26].

Afin de préciser la nature du mécanisme élémentaire qui contrôle le fluage primaire de l'uranium α à haute température, remarquons que l'énergie d'activation pour le fluage est indépendante de la charge appliquée et est égale à l'énergie d'activation pour l'autodiffusion en volume et que la vitesse de fluage varie en fonction de la puissance quatrième de la tension appliquée.

Si, selon le mécanisme proposé par MOTT, la déformation est contrôlée par le mouvement des dislocations-vis présentant des crans, l'énergie d'activation et la vitesse de fluage sont fonction linéaire de la tension appliquée [27]. Un tel mécanisme ne peut décrire le fluage de l'uranium en haut de la phase α .

Si les dislocations s'empilent sur les joints de grain, y pénètrent, puis se réarrangent par diffusion, seule intervient la diffusion intergranulaire, dont l'énergie d'activation est plus faible que celle en volume, et la vitesse de fluage n'est fonction que du carré de la tension appliquée. Ce mécanisme proposé par NABARRO [28], ne peut donc s'appliquer au cas de l'uranium α .

Seule contrôle la déformation du métal, la montée par diffusion des dislocations-coins hors de leur plan de glissement. La loi $v = f(\sigma^4)$ nous permet de préciser la nature de cette montée. Les nombreuses barrières créées par la déformation du métal, les différentes impuretés qu'il contient, s'opposent à tout déplacement ultérieur des dislocations-coins. Selon le mécanisme proposé par WEERTMAN [29], les dislocations-coins s'empilent en écheveaux et les dislocations encore libres se bloquent dans ces écheveaux en créant des champs de contraintes en retour σ_1 proportionnelles à σ^2 . Les dislocations-coins ne peuvent s'échapper que par montée par autodiffusion d'une hauteur proportionnelle à σ^2 . Dans ces conditions la loi de variation de la vitesse de fluage en fonction de la tension est en σ^4 [15].

Au fur et à mesure que se déforme le métal, les dislocations coins pénètrent dans les écheveaux et ne participent que de moins en moins à l'allongement du métal. La présence de ces écheveaux limite la longueur des lignes de dislocations-vis susceptibles de se déplacer et les dislocations-vis se bloquent rapidement et introduisent des champs de contraintes en retour importants.

D'une part le nombre des dislocations-coins enchevêtrées susceptibles de s'annihiler décroît rapidement et d'autre part, les dislocations-coins émises en dehors des écheveaux et susceptibles de se déplacer dans le métal, forment des dipôles, à condition que deux de leurs segments, l'un positif, l'autre négatif, se trouvent en regard dans deux plans de glissement cristallographiques voisins distants de plusieurs distances interréticulaires. Lorsque les vitesses de formation et d'annihilation de ces dipôles par montée deviennent égales, la vitesse de fluage est constante et le stade secondaire est atteint.

2.4.1.2 - Fluage secondaire

Si nous considérons que les segments de chaque dipôle sont distants de d , une montée de l'ordre de d leur permet en s'annihilant de compenser les contraintes à faible distance introduites et de supprimer toute interaction avec d'autres dislocations présentes dans leur voisinage. Les dislocations peuvent également former, par montée, des sous-joints [30], comme l'indique le réseau de polygonisation très lâche mis en évidence sur gros grains d'uranium.

Remarquons en outre que les empilements de dislocations ne jouent plus aucun rôle, à ce stade de fluage.

Dans ces conditions, la tension appliquée σ et la vitesse de montée par diffusion v sont proportionnelles aux contraintes internes σ_i , elles-mêmes proportionnelles à $G \frac{b}{d}$ où G désigne le module de cisaillement, et b le vecteur de Burgers [31]. La vitesse de fluage e' est proportionnelle à la vitesse de restauration du métal caractérisée par $\frac{d\sigma}{dt}$, si l'on admet que la pente du durcissement $\frac{d\sigma_i}{de}$ est constante dans le domaine des tensions appliquées.

Par suite :

$$e' \approx \frac{d\sigma_i}{dt} \approx \frac{v}{d}$$

Comme

$$v \approx \sigma_i \approx \sigma$$

et

$$G \frac{b}{d} \approx \sigma_i$$

$$e' \approx \sigma^2$$

Nous retrouvons ici les conclusions formulées par ANDRE sur le mécanisme contrôlant la déformation par fluage en haut de la phase α .

Nous avons également observé que l'allongement pendant le fluage primaire, la vitesse de fluage secondaire étaient plus élevés dans le cas de l'uranium électrolytique, mais que les durées de fluage primaire étaient analogues. De telles différences proviennent d'une concentration plus faible en impuretés dans ce dernier cas. La densité de dislocations susceptibles de se déplacer dans le métal, le nombre de dipôles actifs capables de s'annihiler par montée, un réseau d'écheveaux moins denses, permettent aux dislocations-coins empilées au cours du fluage primaire de participer à un mécanisme de montée et modifient les paramètres de la déformation. Par contre, le mécanisme de disparition des dipôles prend toujours effet au bout d'un temps de fluage primaire comparable ; les dislocations-vis qui présentent de nombreux crans, sont aussi rapidement bloquées et les dislocations-coins ne peuvent plus, pour la même durée de fluage s'échapper de leur environnement.

Nous avons implicitement admis que la pente de durcissement du métal $\frac{d\sigma}{de}$ était constante dans le domaine de tensions utilisées, mais l'augmentation de taille du grain entraîne une augmentation parallèle de ce paramètre. Un échantillon d'uranium à gros grains se durcit par traction considérablement plus vite, au cours de la déformation qu'un échantillon à grains fins [32]. Or à une augmentation de la vitesse de durcissement, correspond une diminution de la vitesse de fluage secondaire, contrôlée par la restauration du métal. Ainsi la loi de variation observée $e' \approx \left(\frac{1}{d}\right)^{1,25}$ - où d désigne le diamètre du grain -, dépend fortement de la diminution de surface des joints, lorsque croît la taille du grain.

Bien que les joints de grains paraissent avoir peu d'influence sur le contrôle de la vitesse de fluage secondaire, nous avons cependant observé une migration des joints et des sous-joints mise en évidence par leur élargissement. MAC LEAN a montré qu'environ la moitié des dislocations en mouvement dans le métal est absorbée par les joints de grains, sans modification apparente de leur profil [33]. Mais puisque l'énergie de ce processus de diffusion des dislocations au sein des joints est inférieure à celle de l'autodiffusion en volume, ce mécanisme, bien qu'intervenant dans l'allongement total pris par l'éprouvette, ne saurait contrôler la vitesse de restauration du métal ; le fluage secondaire dépend, au contraire, de l'annihilation des dislocations restantes.

2.4.2 - Monocristaux imparfaits

Les énergies d'activation pour le fluage de monocristaux imparfaits sont supérieures à celles déterminées sur polycristaux et varient avec la teneur en impuretés de l'uranium. La vitesse de fluage primaire dépend de la charge appliquée suivant une loi en σ^4 . Nous avons remarqué une désorientation progressive des sous-grains au cours de la déformation ainsi que la migration faible des sous-joints dans le cas d'uranium électrolytique. Il est nécessaire de souligner que les monocristaux étudiés présentent une forte polygonisation sous forme de sous-joints allongés, parallèles à la direction du gradient thermique suivant la transformation $\beta \longrightarrow \alpha$. Cette polygonisation est antérieure au fluage.

Selon CAHN, au cours du passage du point de transformation $\beta \longrightarrow \alpha$, la contraction de volume subie par le métal engendre des tensions internes suffisantes pour provoquer un véritable fluage du métal [34]. La polygonisation résultant de ce phénomène, provient du réarrangement des dislocations en parois suivant deux systèmes de glissement différents, ce qui confirme les prévisions théoriques de BALL et HIRSCH [35]. D'autre part, nous n'avons observé, par fluage sous charge externe faible, qu'un seul système de glissement et la polygonisation mise en évidence dans ce cas est tout-à-fait comparable, morphologiquement parlant, à celle observée par CAHN, soit après déformation à chaud, soit sur grains α obtenus par refroidissement lent depuis la phase β [36]. Si, dans nos expériences, la matrice monocristalline se déforme suivant un seul système de glissement, le réarrangement dans les sous-joints des dislocations provenant de ce système de glissement fera intervenir, en outre, deux autres systèmes de glissement, ce qui, selon ANDRE [1], nécessite un surcroît d'énergie thermique. Ainsi les dislocations engendrées par la déformation de l'uranium α s'empilent sur les sous-joints, montent, au-dessus de 520° C, par diffusion hors de leur plan de glissement, à l'intérieur des sous-joints et s'accommodent dans les divers plans de glissement possibles. Les zones fortement perturbées que nous avons observées au voisinage des sous-joints, indiquent la présence de champs de contraintes locales importants, tandis que la loi de variation de la vitesse de fluage en fonction de la puissance quatrième de la tension appliquée correspond à un mécanisme d'empilement.

Comme les impuretés du métal jouent un rôle particulièrement actif en tant que facteurs de blocage des sous-joints, l'énergie d'activation pour le fluage des monocristaux est nettement supérieure à celle de l'autodiffusion, dans le cas d'uranium technique. En outre l'intervalle assez large de valeurs d'énergies d'activation mesurées provient probablement des différences d'orientation entre sous-joints et matrice d'une part, et entre la direction de la charge appliquée et la matrice, d'autre part. Les valeurs intermédiaires trouvées dans le cas de monocristaux d'uranium électrolytique, placées entre celles mesurées sur les polycristaux et sur les monocristaux d'uranium technique, s'expliquent par une possibilité de déplacement plus grande des sous-joints sous l'action d'une contrainte externe. Pour les mêmes raisons, la teneur plus faible en impuretés de l'uranium électrolytique permet à une polygonisation nouvelle, due au fluage, de se développer en cours de fluage.

Ce mécanisme de déformation n'en exclut pas pour autant d'autres processus d'énergie d'activation plus faible décrits dans le cas des polycristaux, tels que la formation d'écheveaux et de dipôles et le blocage de dislocations-vis présentant des crans, mais qui de ce fait, ne contrôlent plus la vitesse de déformation.

Remarquons également que la taille des sous-grains initiaux et leur désorientation croissante en cours de fluage n'affectent que peu la vitesse de fluage ; en effet la loi de variation de charge et l'énergie d'activation ne dépendent pas de l'évolution de la sous-structure [37].

2.5 - CONCLUSIONS

Le fluage primaire est contrôlé par la montée des dislocations-coins, suivant un mécanisme de diffusion, à partir d'empilements de dislocations soit au sein d'écheveaux, soit sur les impuretés du métal. La déformation engendre simultanément la formation de dipôles et de dislocations-vis qui, présentant de nombreux crans, sont rapidement bloquées. La densité de dislocations en mouvement et, par suite, la vitesse de fluage décroissent au cours de ce stade.

Le fluage secondaire des polycristaux est contrôlé par l'annihilation mutuelle de dipôles formés de dislocations-coins positives et négatives et la formation éventuelle d'un réseau de polygonisation très lâche. Les dislocations-coins enfermées dans les écheveaux et empilées sur les impuretés ne peuvent plus monter et les dislocations-vis sont bloquées en raison de leurs nombreux crans. Seule une augmentation de la contrainte externe rétablit leur faculté de déplacement, et par là-même, le stade primaire du fluage [38].

Le fluage des monocristaux est contrôlé par la montée sur la surface des sous-joints des dislocations-coins empilées sur les sous-joints préexistant au fluage et leur réarrangement ultérieur au sein de ces sous-joints. La teneur en impuretés du métal intervient de façon majeure sur les caractéristiques de ce mécanisme.

CHAPITRE III

FLUAGE DE L'URANIUM α AUX TEMPÉRATURES MOYENNES

Par températures moyennes, nous entendons des domaines dans lesquels l'énergie d'activation mesurée pour le fluage est constante et les différentes observations effectuées conduisent à formuler des hypothèses communes pour les polycristaux et les monocristaux. Ces domaines de températures s'étendent environ de 325 à 415° C pour les polycristaux d'uranium technique et électrolytique, de 325 à 450°C pour les monocristaux d'uranium électrolytique, de 325 à 480°C pour les monocristaux d'uranium technique. On notera l'influence de la pureté et de la structure du métal sur la définition de ces domaines.

3.1 - OBSERVATIONS EXPERIMENTALES

Nous avons procédé à des essais portant sur la forme des courbes de fluage, l'énergie d'activation correspondante et la loi de variation de la vitesse de déformation en fonction de la charge appliquée, conjointement à l'observation micrographique des échantillons étudiés.

3.1.1 - Courbes de fluage

Dans les domaines de températures décrits ci-dessus, le stade secondaire du fluage n'est jamais atteint. Comme le montrent les figures 27 et 44 (voir 3 - 1 - 4 - 2), la vitesse de fluage décroît constamment au cours du temps, pour les polycristaux comme pour les monocristaux : on passe directement au stade tertiaire sans parvenir à un état d'équilibre entre vitesses de déformation et de restauration.

3.1.2 - Energies d'activation

Les énergies d'activation pour le fluage sont déterminées par la méthode différentielle de changement de températures, en appliquant cette méthode au seul stade primaire. Ces énergies sont identiques pour les polycristaux et les monocristaux des deux variétés d'uranium utilisées.

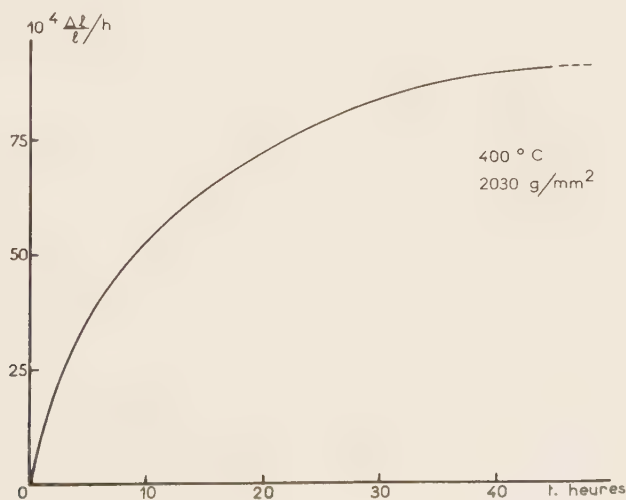


Figure 27 : Courbe de fluage pour l'uranium électrolytique polycristallin. Ech. 37. La déformation par fluage à 400° C s'effectue sans apparition de stade secondaire.

Les tableaux I, II, III, IV rassemblent ces résultats. L'examen des courbes température-énergie d'activation conduit aux considérations suivantes [39] :

- entre 325 et 415° C, les polycristaux d'uranium technique et électrolytique présentent un palier d'énergie d'activation de valeurs respectives 31200 et 31800 cal/mole environ (fig. 28-29)

- entre 325 et 450° C, l'énergie d'activation est constante pour le fluage des monocristaux d'uranium électrolytique. Cette valeur est très voisine de celles trouvées sur polycristaux : 31700 cal/mole (fig. 30).

- entre 325 et 480° C, l'énergie d'activation pour le fluage des monocristaux d'uranium technique reste constante et égale à 31500 cal/mole (fig. 31).

Des essais analogues effectués sur de l'uranium à gros grains (200 microns environ) indiquent que la taille des cristaux n'a aucune influence sur la valeur de cette énergie d'activation comme sur l'étendue du domaine de températures où l'énergie reste constante (entre 325 et 415° C), (tableau V et fig. 17, voir 2 - 3 - 3).

Remarquons également que l'énergie d'activation pour le fluage est indépendante de la charge appliquée, dans la gamme de tension utilisée, 900 à 6300 g/mm², pour les polycristaux comme pour les monocristaux.

3.1.3 - Variations de charge

Par modification en cours d'essais isothermes de la contrainte appliquée, nous avons précisé la loi de variation de la vitesse de fluage en fonction de la charge. Les tableaux VI, VII, VIII et IX rassemblent les résultats obtenus. Cette loi peut être mise sous la forme :

$$e' = A \text{ (st) } \sigma^n \exp \left(- \frac{Q}{R T} \right)$$

où $Q \simeq 31500$ cal/mole.

L'exposant n est indépendant de la sous-structure et du métal antérieure au fluage et de son évolution au cours de la déformation. Cet exposant prend les valeurs suivantes :

Uranium	Technique	Electrolytique
Polycristaux	2,15	2,20
Monocristaux	2,25	2,20

Les figures 32, 33, 34, 35 donnent des exemples de telles courbes sur les quatre variétés d'uranium étudiées.

3.1.4 - Observations micrographiques

Parallèlement à cette étude quantitative, nous avons examiné la microstructure des échantillons, directement après fluage, grâce à l'attaque thermique. Nos observations ont principalement porté sur des monocristaux imparfaits et des polycristaux d'uranium technique. Nous avons vu en effet, au chapitre précédent, qu'une concentration en impuretés plus faible dans le métal permettait de mettre plus facilement en évidence, par micrographie, les déformations provoquées par le fluage. Nous avons cependant tenu à vérifier nos résultats, en étudiant également des monocristaux imparfaits d'uranium technique.

3.1.4.1 - Monocristaux d'uranium électrolytique

Rappelons que les monocristaux imparfaits d'uranium présentent une forte polygonisation antérieure au fluage, due au changement de phase $\beta \longrightarrow \alpha$. Chaque monocristal a été indicé à partir d'un diagramme de LAUE en retour. Nous avons reporté sur la figure 36 les orientations des axes de fluage pour les divers monocristaux étudiés. Les lignes de déformation, glissement ou maillage, observées à la surface des échantillons ont été indicées par la méthode des lieux de pôles appliquée à une seule surface. Nous avons pour cela reporté sur la projection stéréographique de chaque échantillon les orientations de ces différentes traces observées par micrographie, par rapport à l'axe de fluage pris horizontalement.

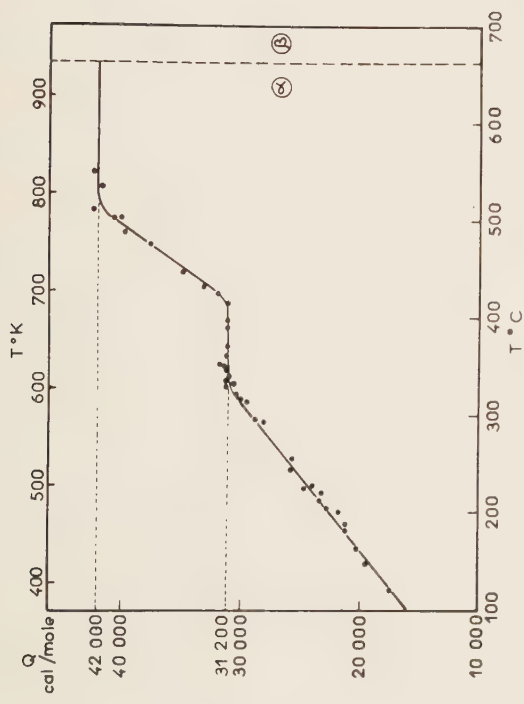


Figure 28 : Energies d'activation pour le fluage de l'uranium technique polycristallin. On notera l'existence de deux paliers d'énergies d'activation en fonction de la température.

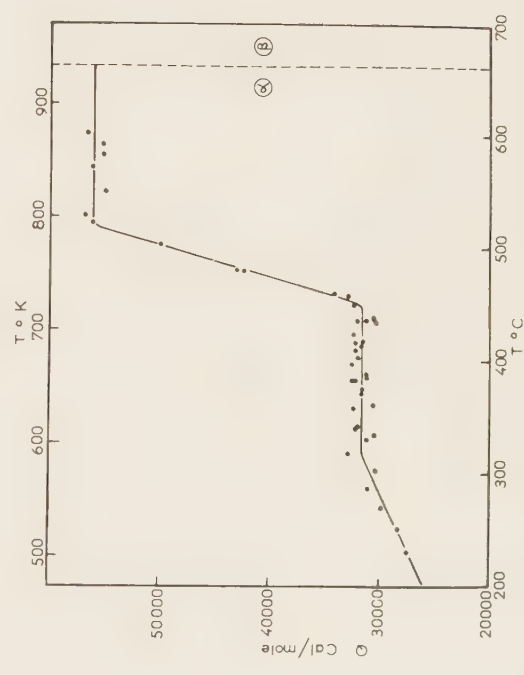


Figure 30 : Energies d'activation pour le fluage d'uranium électrolytique monocristallin.

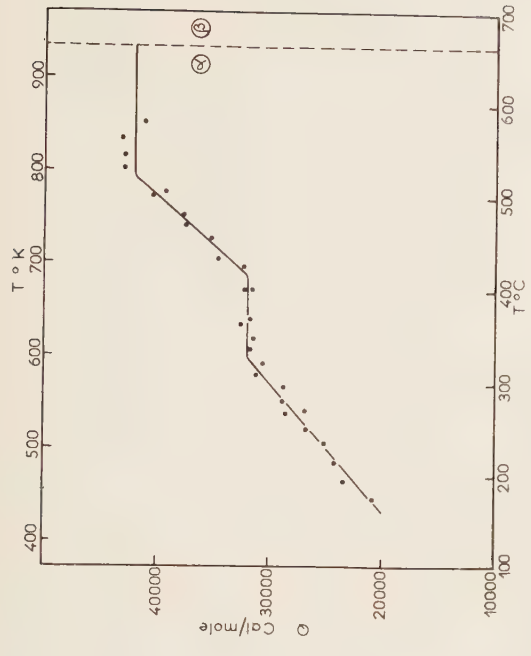


Figure 29 : Idem pour l'uranium électrolytique polycristallin. Même remarque.

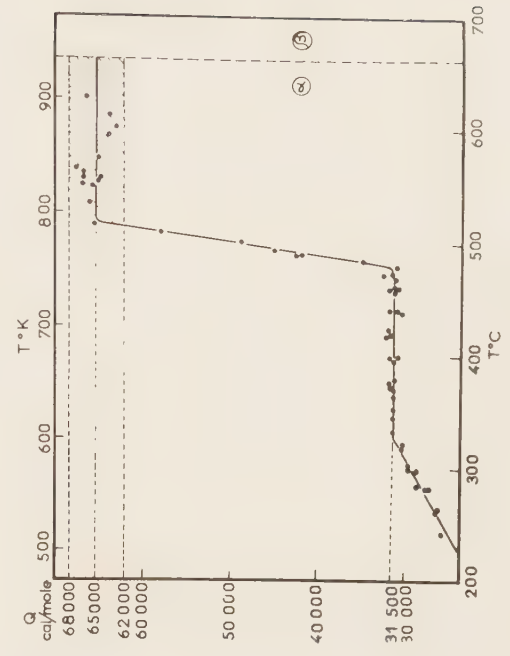


Figure 31 : Idem pour l'uranium technique monocristallin. Les valeurs d'énergies d'activation au-dessus de 520° C sont comprises entre deux limites.

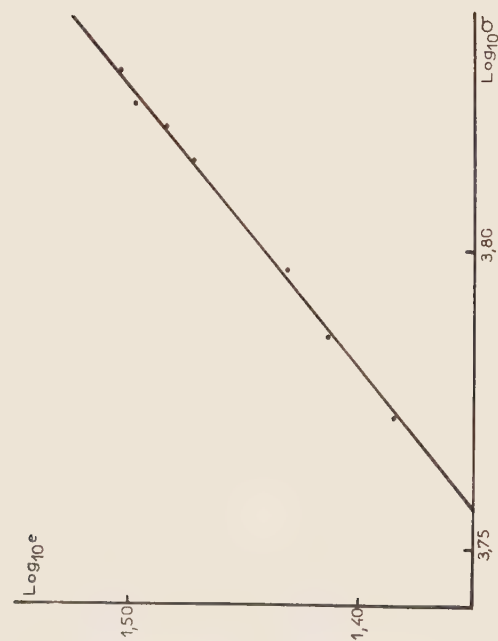


Figure 32 : Variations de charge sur uranium technique polycristallin. Ech. 51 - 387° C - n = 2, 1.

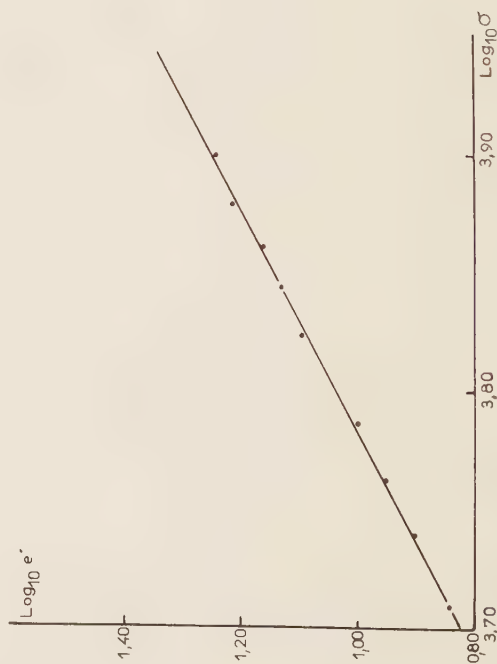


Figure 34 : Variations de charge sur uranium technique monocristallin. Ech. 56 - 332° C - n = 2, 2.

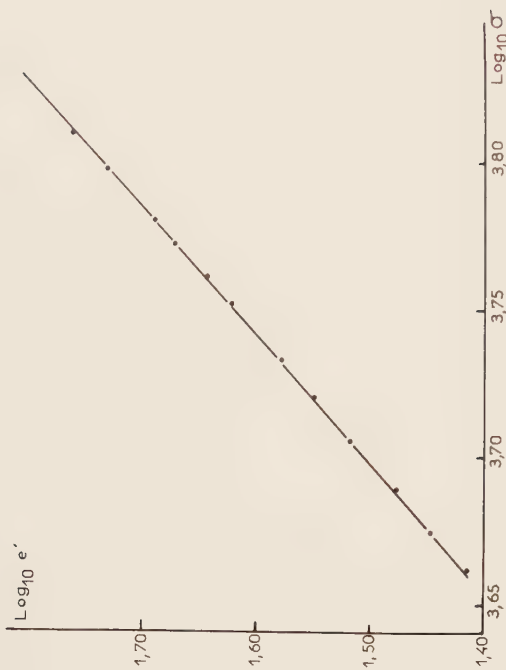


Figure 33 : Idem sur uranium électrolytique polycristallin. Ech. 53 - 380° C - n = 2, 3.

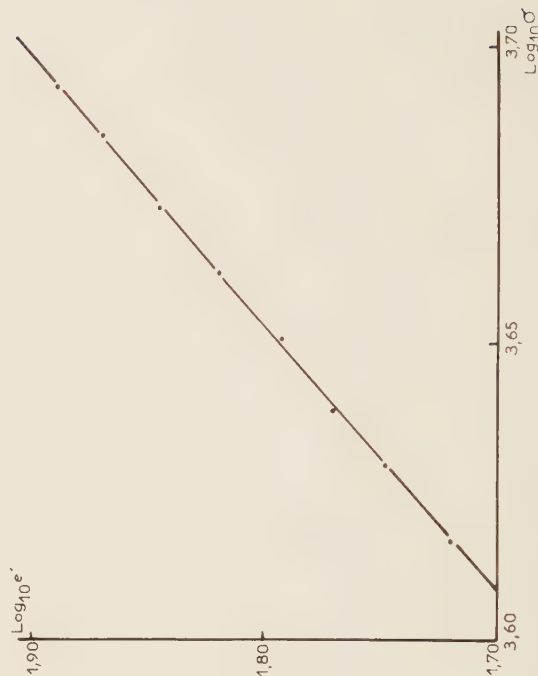


Figure 35 : Idem sur uranium électrolytique monocristallin. Ech. 59 - 413° C - n = 2, 3.

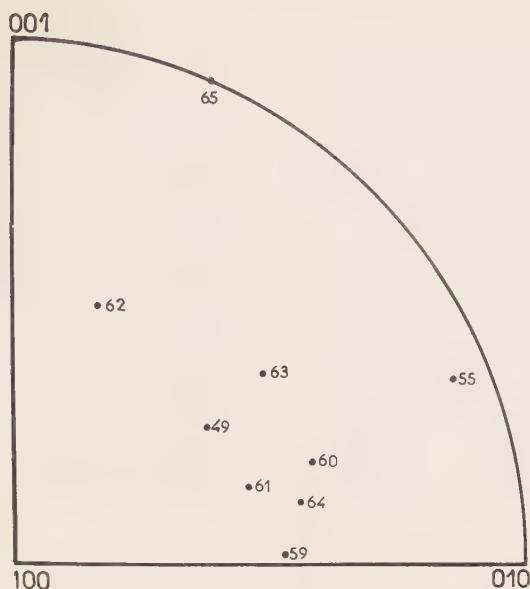


Figure 36 : Orientations des axes de fluage pour les monocristaux d'uranium électrolytique étudiés.

Pour tous ces monocristaux, nous avons mis en évidence un système de glissement majeur associé à un glissement dévié (cross-slip). Remarquons que les déviations dues à ce système se produisent toujours dans le même sens, puisque les plans (001) et (010) sont uniques, dans la maille orthorhombique de l'uranium α .

L'examen micrographique de l'échantillon n° 58 révèle un système de glissement (010) associé au glissement dévié (001), de direction de glissement commune [100] (fig. 37 a et b). Les lignes de glissement ont été indicées à partir de la projection stéréographique (fig. 37 c). On notera en outre la présence de quelques lignes de glissement $\{110\} \langle 110 \rangle$, qui ne peuvent participer au glissement dévié. Les directions [100] et $\langle 110 \rangle$ ne sont plus en effet communes aux deux systèmes.

Comme le montre la figure 38, un glissement fin important (010) peut souvent se superposer aux lignes de glissement dévié ; les déviations n'apparaissent que dans quelques bandes de glissement. Remarquons que la présence, dans ce même monocristal, d'une forte polygonisation n'entraîne aucune désorientation sensible des lignes de glissement.

En plus du glissement dévié, certains monocristaux favorablement orientés, tels que l'échantillon n° 59, se déforment à l'aide d'un autre système de glissement $\{110\} \langle 110 \rangle$, même après un temps de fluage relativement court (10 h à 415° C) et sous une charge moyenne (2 500 g/mm) (fig. 39). Pour ce monocristal, les angles de la direction et du plan de glissement avec la direction de l'effort sont respectivement 54 et 36°. Remarquons que ces valeurs sont assez proches de la valeur la plus favorable, 45°, pour déclencher un système de glissement. Au contraire, l'angle du plan de glissement (001) avec la direction de l'effort est voisin de 90°. Les déviations du glissement observées à la surface de l'échantillon sont en nombre réduit et de faible longueur.

Nous avons procédé à deux essais de fluage sur un même échantillon, à deux températures différentes correspondant à des domaines pour lesquels les mécanismes de glissement dévié et de diffusion interviennent chacun séparément. L'ordre chronologique des opérations réalisées est le suivant :

- fluage à 430° C sous 2 000 g/mm² pendant 20 h et refroidissement à la température ambiante de l'échantillon déchargé.
- examen micrographique de la structure de cet échantillon révélée par l'attaque thermique, directement après fluage.
- recuit de restauration de 48 h à 640° C après polissage électrolytique.
- fluage à 600° C sous 1 250 g/mm² pendant 20 h et refroidissement à la température ambiante de l'échantillon déchargé.

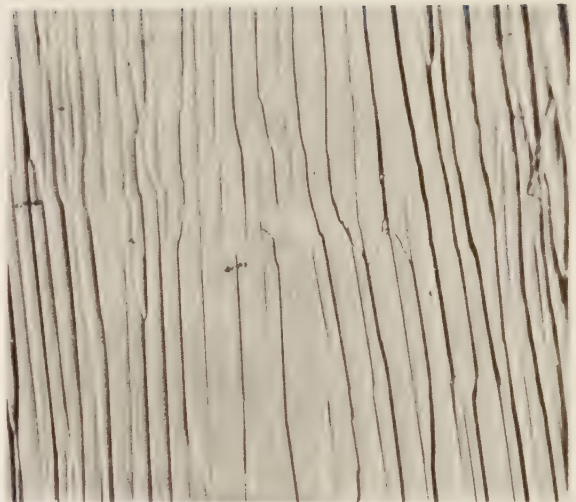


Figure 37 a : Monocristal d'uranium électrolytique Figure 37 b : Détail de la plage A. Ech. 62. ($\times 300$). observé directement après fluage à 440°C . ($\times 150$).

Ce monocristal s'est principalement déformé par glissement dévié. On notera également la désorientation des lignes de glissement au passage des sous-joints et la présence de quelques traces du glissement $[110] \langle 110 \rangle$.

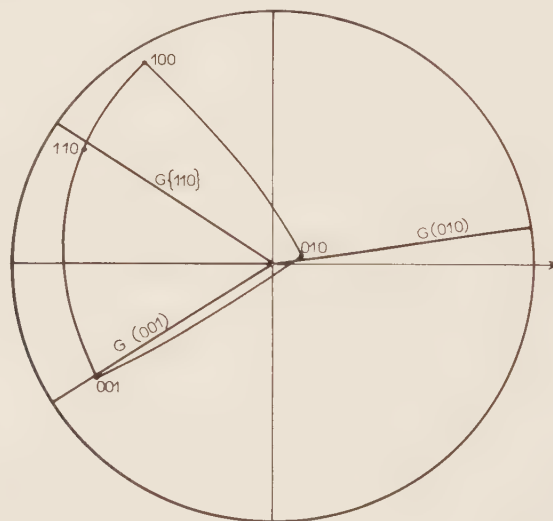


Figure 37 c : Projection stéréographique correspondante et traces des lignes de glissement.

N.B. : Pour toutes les micrographies et les projections stéréographiques de monocristaux, la direction de la charge appliquée est placée horizontalement.

- examen micrographique de la structure directement après fluage.

Le monocristal n° 64 soumis au fluage dans ces conditions présente deux modes de déformation différents suivant la température d'essai envisagée.

- à 430°C , l'examen micrographique ne révèle qu'un seul système de déformation par glissement dévié du type $(010) (001) [100]$ (fig. 40 a et c).

- à 600°C n'apparaît que le glissement (001) prépondérant à haute température (fig. 40 b et c). Les lignes de glissement observées dans ce dernier cas sont beaucoup plus denses, bien que l'allongement total pris par l'échantillon soit à peu près le même.



Figure 38 a : Monocrystal d'uranium électrolytique observé directement après fluage à 430° C. Ech. : 63. (x 300).
Les lignes de glissement dévié se superposent à un glissement plus fin important. Ces lignes de glissement traversent les sous-joints en subissant de faibles désorientations.



Figure 39 a : Monocrystal d'uranium électrolytique observé directement après fluage à 415° C. Ech. : 59. (x 150).
Un second système de glissement important $\{110\} \langle 110 \rangle$ intervient dans la déformation du monocristal. Les déviations du glissement dévié sont réduites.

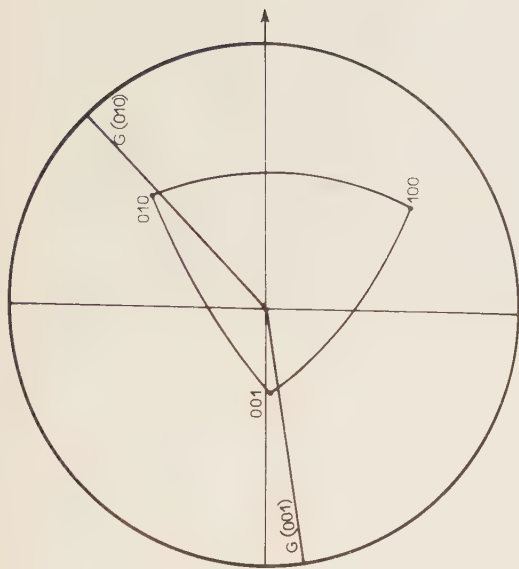


Figure 38 b : Projection stéréographique correspondante et traces des lignes de glissement.

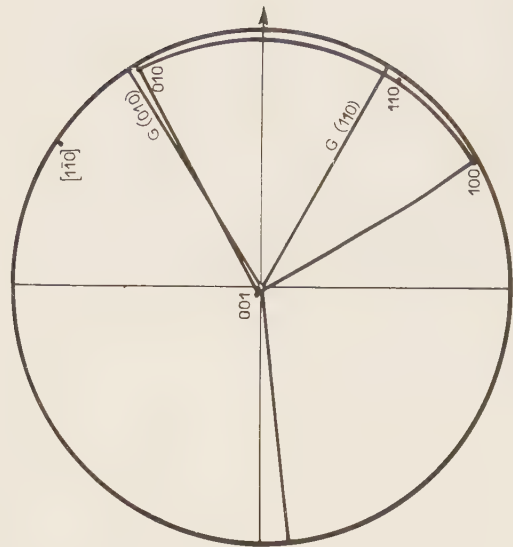


Figure 39 b : Projection stéréographique correspondante et traces des lignes de glissement.
Le plan de glissement (110) et la direction de glissement $[1\bar{1}0]$ sont favorablement orientés par rapport à l'axe de fluage.

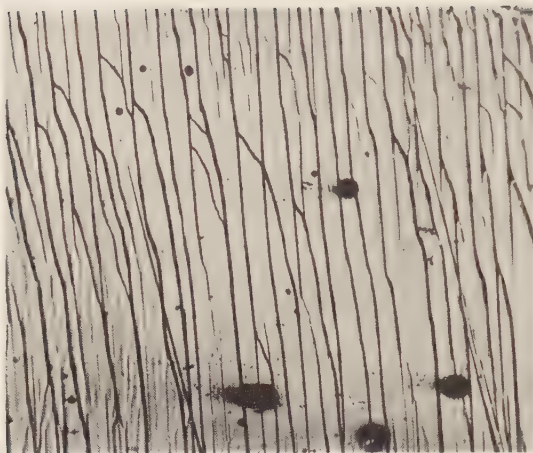


Figure 40 a : Monocrystal d'uranium électrolytique observé directement après fluage à 430° C. Ech. 58. Le monocrystal s'est déformé par glissement dévié. ($\times 150$).



Figure 40 b : Même échantillon observé directement après fluage à 600° C. ($\times 150$). Le monocrystal s'est déformé par glissement (001) seul. Les lignes de glissement sont beaucoup plus serrées.

Le monocrystal s'est déformé par glissement dévié.

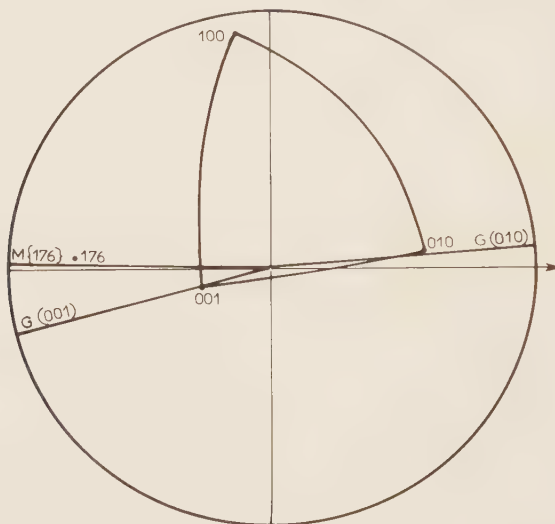


Figure 40 c : Projection stéréographique correspondante et traces des lignes de glissement.

3.1.4.2 - Monocristaux d'uranium technique

Nous avons reporté sur la figure 41 les différentes orientations des axes de fluage pour les monocristaux d'uranium technique étudiés. L'examen micrographique, directement après fluage, révèle dans tous les cas, la présence d'un système de glissement du type décrit ci-dessus, soit le glissement (010) [100] dévié par le glissement (001) [100]. Un autre système de glissement, d'influence prépondérante sur la déformation, peut là encore venir se superposer [40].

Les échantillons n° 45 et n° 66 ont été soumis au fluage, respectivement sous 5860 g/mm² à 410° C et 6640 g/mm² à 340° C. Si l'examen micrographique du monocrystal n° 66 (fig. 42 a et b) ne révèle qu'un seul système de glissement (010) [100] dévié par le glissement (001) [100], le monocrystal n° 45 (fig. 43 a et b) s'est, en outre, déformé suivant le glissement $\{110\} \langle 110 \rangle$, dont les traces apparaissent très serrées et dont les multiples décrochements aux points d'intersection avec l'autre système de glissement indiquent qu'il est intervenu en second lieu. Il ne peut s'agir, dans

ce dernier cas, de glissement dévié, la seule direction commune pour les différents glissements possibles de l'uranium α étant $[100]$. Bien que le monocristal n° 45 ait été soumis au fluage à une température supérieure à celle du monocristal n° 66, sous des charges sensiblement équivalentes, la vitesse de fluage et l'allongement total mesurés sur le cristal n° 45 sont nettement inférieurs (fig. 44) : la mise en oeuvre de deux systèmes de glissement actifs dans le monocristal n° 45 ralentit, en raison de leur intersection et de leur interaction, la propagation des dislocations au sein du métal [41]. Comme l'indique la comparaison des micrographies 42 et 43, la part de déformation due au glissement dévié est beaucoup plus faible dans le cas du cristal n° 45.

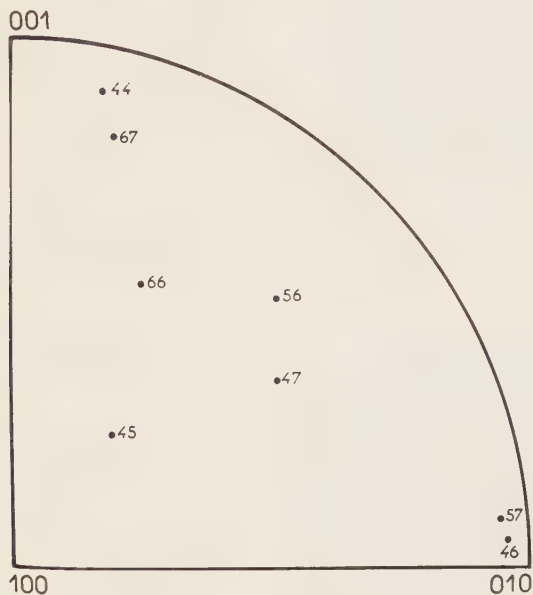


Figure 41 : Orientations des axes de fluage pour les monocristaux d'uranium technique étudiés.

On remarquera également l'absence, sur les courbes de fluage, de période secondaire ; la vitesse de fluage décroît constamment pendant le fluage primaire, puis croît pendant le fluage tertiaire, en tenant compte de l'effet de striction faible observé sur l'uranium dans ce dernier stade. Un état d'équilibre entre vitesses de déformation et de restauration n'est jamais atteint [42].

Par opposition avec le comportement des monocristaux d'uranium électrolytique, la longueur des déviations du glissement est beaucoup plus réduite sur l'uranium technique ; il semble que la pureté influence fortement la faculté de propagation des glissements dans le cristal. Une concentration relativement élevée en impuretés finement dispersées dans la matrice, ce qui est le cas de l'uranium technique, diminue considérablement la longueur des segments déviés.

3.1.4.3 - Polycristaux d'uranium électrolytique

Sur les variétés d'uranium polycristallin technique et électrolytique couramment utilisées dans nos essais, les trop faibles tailles de grain obtenues ne nous ont pas permis d'observer, par micrographie optique, les systèmes de déformation. Par contre, l'examen de gros grains d'uranium électrolytique (de l'ordre de 200 microns) révèle également un système de glissement dévié, mais seulement dans les cristaux favorablement orientés (fig. 45). Bien que nous n'ayons pu faire de diagrammes de LAUE sur ces grains, il est probable que, conformément aux observations de LLOYD et de CHISWIK [43], ces glissements sont du type déjà décrit, $(010) [100]$ dévié par $(001) [100]$. Contrairement à ce qui se produit à plus haute température, on n'observe pas de formation d'un réseau polygonisé à l'intérieur des cristaux.



Figure 42 a : Monocrystal 1 d'uranium technique observé directement après fluage à 340°C. Ech. : 66. La macle oblique {176} est d'origine thermique. ($\times 300$).

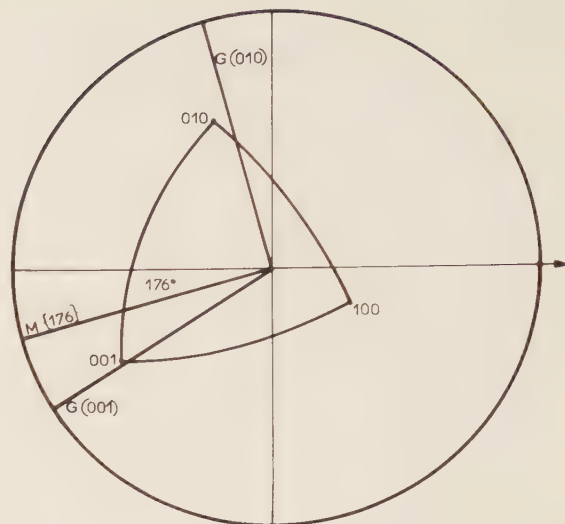


Figure 42 b : Projection stéréographique correspondante et traces des lignes de déformation.

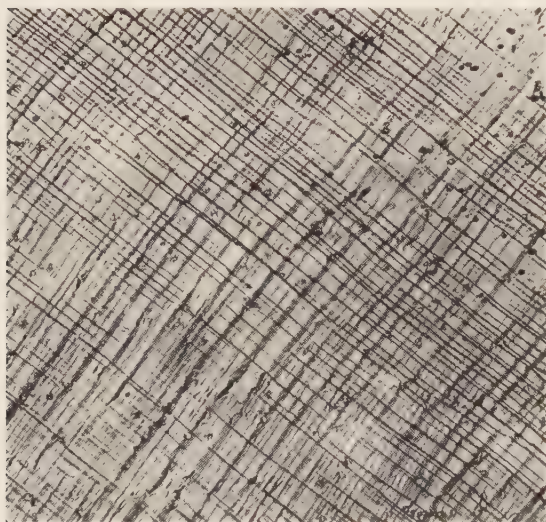


Figure 43 a : Monocrystal 2 d'uranium technique observé directement après fluage à 410°C. Ech. : 45. Le glissement dévié est peu important et les lignes de glissement {110} sont très denses. ($\times 150$).

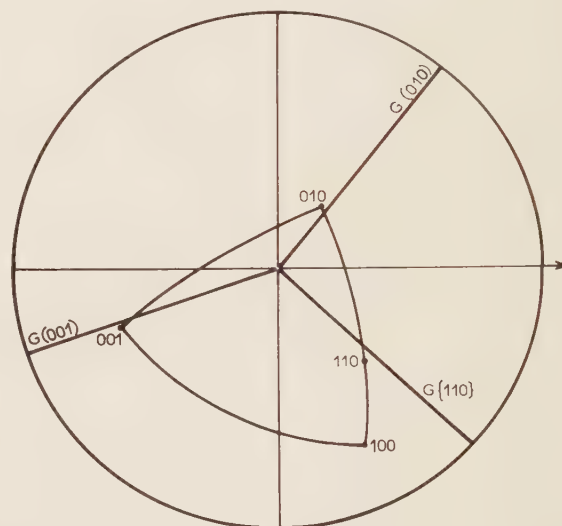


Figure 43 b : Projection stéréographique correspondante et traces des lignes de glissement.

3.2 - DISCUSSION DES RESULTATS

Nous traiterons simultanément le cas des polycristaux et celui des monocristaux, en proposant une théorie pour le fluage dans les domaines de température correspondants. Nous insisterons ensuite sur les effets de la structure, polycristalline ou monocristalline, du métal soumis au fluage et de son degré de pureté.

3.2.1 - Fluage par glissement dévié

Les valeurs constantes et pratiquement identiques, aux erreurs expérimentales près, observées pour l'énergie d'activation, montrent que le mécanisme de déformation est unique pour les mono-

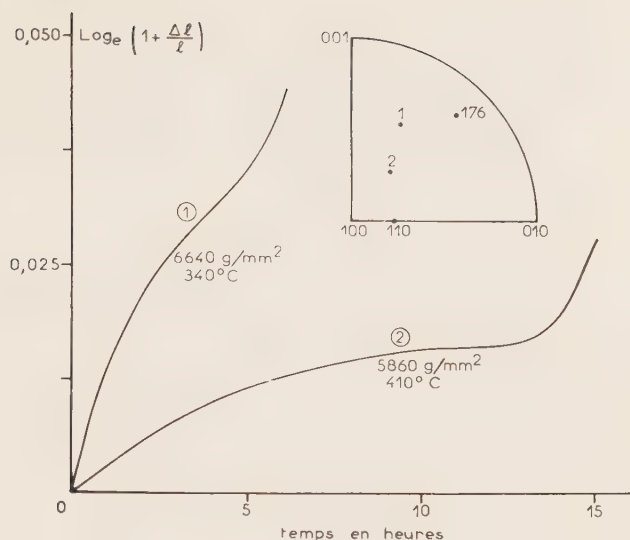


Figure 44 : Courbes de fluage des monocristaux :
1 [66] et 2 [45].

cristaux et les polycristaux. L'identité de la température initiale des différents paliers, 325° C, en est une confirmation supplémentaire. Comme l'énergie d'activation est inférieure à celle déterminée en haut de la phase α , tout mécanisme de montée, par diffusion, des dislocations-coins est exclu. Par contre, les différentes observations expérimentales effectuées conduisent à penser que l'uranium a un comportement analogue à celui de l'aluminium, métal pour lequel la déformation par fluage aux températures moyennes est contrôlée par l'élimination des dislocations-vis par glissement dévié [44] [45]. On révèle également par micrographie, la présence d'un glissement dévié, quelle que soit l'orientation des échantillons étudiés, sans déceler pour autant la formation de réseaux polygonisés, par montée et rassemblement en parois de dislocations-coins.

D'autre part, l'enregistrement continu des courbes déformation-temps indique une diminution continue de la vitesse de fluage ; on n'observe jamais, sur structure polycristalline ou monocristalline, de fluage à vitesse constante, mais un passage direct du stade primaire au stade tertiaire. Le glissement dévié n'élimine que les dislocations-vis, de sorte que seule une partie des dislocations, soit antérieures au fluage, soit émises pendant la déformation, disparaît par ce processus de restauration ; puisque l'agitation thermique est trop faible, les dislocations-coins ne peuvent s'annihiler par montée et une vitesse de fluage constante (stade secondaire) ne peut être atteinte [46].

3.2.2 - Description du mécanisme

Un mécanisme de fluage théorique, proposé par FRIEDEL, semble s'appliquer particulièrement bien au cas de l'uranium si l'on admet que le glissement dévié contrôle la déformation [47]. Etant donné que l'énergie d'activation correspondant au glissement de dislocations simples est nulle, et que l'énergie d'activation mesurée a une valeur finie, les dislocations-vis en mouvement dans l'uranium sont dissociées. Mais avant de pouvoir changer de plan de glissement, les dislocations partielles doivent se recombinaison après constriction. L'énergie d'activation pour le glissement dévié est, de ce fait, égale à la somme des énergies de constriction et de recombinaison. Quand une dislocation-vis se déplace dans le plan (010), elle se dissocie spontanément en deux dislocations partielles B_1 et B_2 avec diminution d'énergie correspondante. Le glissement dévié est provoqué par la régénération des dislocations dans ce plan, par agitation thermique et par action de la contrainte externe appliquée. Supposons que les deux dislocations partielles B_1 et B_2 se recombinaison sur une longueur L en produisant une constriction (fig. 46). Ce segment, sous l'action de la contrainte τ , se courbe suivant la courbe P dans le plan (001). L'énergie d'activation U_x pour le glissement dévié est égale à :

$$U_x = U_c + U_R + \Delta U_L - W_\tau$$



Figure 45 : Polycristal d'uranium électrolytique observé directement après fluage à 400° C. Ech. : 55. ($\times 150$). Le gros grain observé s'est déformé par glissement dévié. Les macles, d'origine thermique, sont dues au refroidissement de l'échantillon.

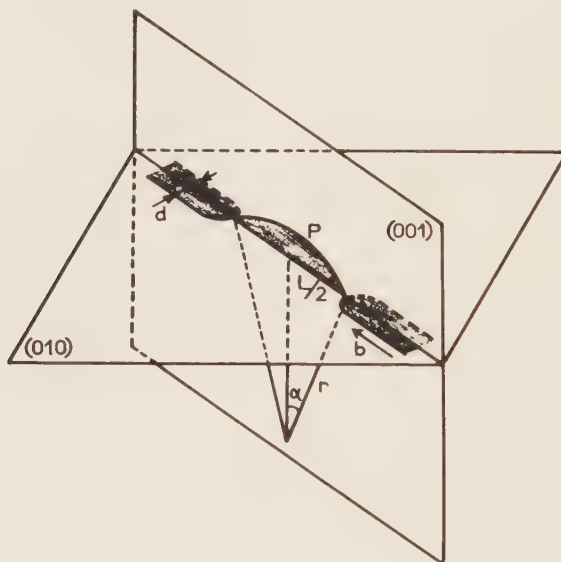


Figure 46 : Schéma de constriction, recombinaison et glissement dévié de deux dislocations partielles. Les dislocations partielles contenues dans le plan (010) se recombinaient avant de se courber dans le plan (001) perpendiculaire, suivant la courbe P.

où U_c désigne l'énergie de constriction

U_R l'énergie de recombinaison

ΔU_L l'accroissement d'énergie de ligne dû à la courbure de la dislocation

W_T le travail dû à la contrainte appliquée

Si H et R désignent respectivement les énergies de ligne et de recombinaison par unité de longueur de la dislocation totale :

$$U_R = 2rR \sin \alpha$$

$$\Delta U_L = 2 rH (\alpha - \sin \alpha)$$

$$W_T = r^2 \tau b (\alpha - \sin \alpha \cdot \cos \alpha)$$

Lorsque l'angle α augmente, la longueur de la portion de dislocation recombinaison croît, l'énergie de ligne croît et la force locale appliquée fournit un travail plus important. Lorsque α atteint une certaine valeur critique α_c , l'énergie d'activation U_x a la valeur maximale. Toute fluctuation thermique supérieure engendre alors le glissement dévié. Cette limite est atteinte lorsque :

$$\frac{dU_x}{d\alpha} = 0,$$

soit par dérivation de (1) :

$$\cos \alpha_c = 1 - \frac{R}{H}$$

et si R est très inférieur à H :

$$\alpha_c \simeq \left(\frac{2H}{R} \right)^{1/2} \quad (2)$$

Portant cette valeur dans (1)

$$U_x = U_c + 2rR \alpha_c \quad (3) \text{ avec } \alpha_c \text{ petit.}$$

Comme le rayon de courbure du segment recombinaison est relié à la contrainte et à l'énergie de ligne par :

$$r = \frac{H}{\tau b} \quad (4)$$

(3) devient :

$$U_x = U_c + \frac{(8HR^3)^{1/2}}{\tau b} \quad (5)$$

L'énergie d'activation pour le fluage mesurée sur l'uranium ne dépendant pas de la charge appliquée, nous pouvons admettre que le second terme du second membre de l'équation (5) est très inférieur à U_c . Dans ces conditions :

$$U_x \simeq U_c \quad (6)$$

Or l'énergie de constriction est donnée par [48] :

$$U_c = \frac{Gb^2d}{30} \left(\ln \frac{d}{b} \right)^{1/2} \quad (7)$$

où $G = 8 \times 10^{11}$ dynes/cm², désigne le module de cisaillement de l'uranium à 400° C [49].

$b = 2,88 \text{ \AA}$, le vecteur de Burgers [100] à 400° C.

d , la distance séparant les dislocations partielles.

La valeur calculée pour d à partir des équations (6) et (7) est voisine de $8 \text{ \AA}$, U_x étant égal à 31 500 cal/mole, soit $2,17 \times 10^{12}$ erg. Les dislocations partielles sont peu séparées dans le plan (010) de l'uranium α , ce qui est en accord avec les observations faites en microscopie électronique et les valeurs élevées de l'énergie de faute [50].

L'énergie de recombinaison de ces partielles est donnée, selon NABARRO [51], par :

$$R = \frac{Gb^2}{32\pi} \left(\ln \frac{d}{b} - 1 \right) \quad (8)$$

soit $R \simeq 10^{-8}$ erg/cm.

L'énergie de ligne par unité de longueur est égale à [52] :

$$H = \frac{Gb^2}{2} \quad (9)$$

soit $H = 3,3 \times 10^4$ erg/cm.

Remarquons que nous pouvons négliger à juste titre le second terme du second membre de l'équation (5) :

$$\frac{(8HR^3)^{1/2}}{\tau b} = 1,8 \times 10^{-14} \text{ erg} \\ \ll 2,17 \times 10^{-12} \text{ erg } (U_c)$$

pour une contrainte moyenne appliquée dans nos essais, égale à 10^8 dynes/cm².

De plus l'équation (2) est bien vérifiée puisque :

$$\frac{R}{H} \simeq 10^{-4}$$

La longueur critique L_c du segment de dislocation recombinaison engendrant le glissement dévié est égal à :

$$L_c = 2 r \alpha_c \quad (10) \text{ avec } \alpha \text{ petit}$$

soit $L_c \simeq 200 \text{ \AA}$.

Si nous mettons L sous la forme :

$$L_c = \frac{(8 HR)^{1/2}}{\tau b} \quad (11)$$

nous voyons que la longueur critique décroît lorsque les tensions locales augmentent, bien que les contraintes n'aient qu'une influence très réduite sur l'énergie d'activation.

Si N désigne le nombre de segments-vis de dislocations de longueur moyenne L_s , par unité de volume du cristal, le nombre total de segments-vis de longueur L_c par unité de volume est approximativement $N L_s/L_c$. Chaque segment vibre à une fréquence $\nu' = \nu b/L_c$ où ν désigne la fréquence de Debye. Si A désigne l'aire moyenne balayée par chaque dislocation au cours d'une fluctuation thermique génératrice de glissement dévié, la vitesse de fluage due à ce glissement dévié est donnée par :

$$e' = \frac{NL_s Ab^2 \nu}{L_c^2} \exp \left(- \frac{U_x}{kT} \right) \quad (12)$$

où k désigne la constante de BOLTZMANN.

Par combinaison des équations (11) et (12) :

$$e' = NA \frac{L_s b^4 \nu \tau^2}{8 HR} \exp \left(- \frac{U_x}{kT} \right) \quad (13)$$

soit $e' = f(\tau^2)$.

Conformément aux résultats expérimentaux obtenus par variation de charge au cours d'essais isothermes, sur monocristaux et polycristaux d'uranium, la vitesse de fluage est une fonction du carré de la charge appliquée.

Dans cette dernière équation (13), remarquons que le produit NA varie peu au cours du durcissement par déformation. Lorsqu'en effet, la densité de dislocations en mouvement dans le métal augmente, l'aire balayée par chacune d'entre elles, lors du glissement dévié diminue [15]. Si nous admettons comme valeurs moyennes :

$$N = 10^8 \text{ dislocations/cm}^3$$

$$L = 10^4 \text{ Å}$$

$$v = 10^{13} \text{ sec}^{-1}$$

$$e' = 10^{-7} \text{ sec}^{-1}$$

l'aire balayée pour chaque dislocation en glissement dévié est de l'ordre de 10^6 Å^2 et le segment correspondant s'étend sur 5000 Å environ. Ce résultat est en accord avec les observations micrographiques effectuées : comme les différentes déviations ne sont ni rigoureusement linéaires, ni rigoureusement parallèles, le glissement dévié procède par marches successives ; les lignes brisées ainsi formées sont composées de segments alternés situés dans les plans (010) et (001) et dont l'enveloppe seule est décelée par micrographie optique.

3.2.3 - Différences constatées entre polycristaux et monocristaux

Le fluage étant un phénomène activé thermiquement, un mécanisme nouveau de déformation ne peut intervenir que si les fluctuations thermiques qui l'engendrent atteignent une valeur suffisamment élevée. Nous avons vu que les énergies d'activation pour le fluage des polycristaux, en haut de la phase α étaient inférieures à celles des monocristaux et que les monocristaux d'uranium technique avaient une énergie d'activation plus forte que ceux de la variété électrolytique. Il s'ensuit que le palier d'énergie d'activation pour le mécanisme précédant directement la montée des dislocations-coins par diffusion, c'est-à-dire le glissement dévié, sera plus étendu pour les monocristaux d'uranium technique que pour ceux d'uranium électrolytique. Ce palier s'arrêtera à une température inférieure, mais identique pour les polycristaux d'uranium technique et électrolytique (énergie d'activation en haut de la phase α égale à 42 000 cal/mole dans ces deux cas). Les températures maximales des paliers observées pour le glissement dévié confirment cette hypothèse.

3.2.4 - Influence de la pureté

Les segments déviés du glissement se propagent d'autant mieux dans le métal que les points de blocage sont moins nombreux. Nous avons effectivement observé que les déviations étaient plus longues dans l'uranium électrolytique que dans l'uranium technique, en raison de la différence des concentrations en impuretés, supérieure dans ce dernier cas.

3.3 - CONCLUSIONS

Le fluage des polycristaux et des monocristaux des deux variétés étudiées d'uranium, technique et électrolytique, est contrôlé, aux températures moyennes, par un mécanisme de glissement (010) [100] dévié par le glissement (001) [100]. Les valeurs identiques des énergies d'activation mesurées, la loi de variation de la vitesse de fluage en fonction du carré de la tension, les observations micrographiques des systèmes de déformation confirment l'intervention d'un tel mécanisme. Seul contrôle la vitesse de fluage, le déplacement des dislocations-vis au sein du métal ; les dislocations-coins ne s'annihilent plus par montée en raison de l'amplitude trop faible des fluctuations thermiques. Ce palier s'étend de 325 à 415° C pour les polycristaux et respectivement jusqu'à 450 et 480° C pour les monocristaux d'uranium électrolytique et technique.

CHAPITRE IV

FLUAGE DE L'URANIUM α DANS LES DOMAINES DE TEMPÉRATURE INTERMÉDIAIRES AUX DEUX PALIERS D'ÉNERGIE D'ACTIVATION ET DE L'URANIUM β

Dans ce chapitre, nous nous intéressons plus particulièrement au fluage de l'uranium en phase α entre 120 et 663° C, hormis les deux domaines de température correspondant aux paliers d'énergie d'activation exposés dans les chapitres précédents, et au fluage de l'uranium en phase β .

4.1 - FLUAGE ENTRE 120 ET 325° C

En dessous de 325° C, nous n'avons étudié le comportement au fluage de l'uranium que dans le but de montrer que les mécanismes contrôlant la déformation sont nettement différents de ceux mis en oeuvre à plus haute température. Notre étude porte principalement sur la détermination de l'énergie d'activation et sur des observations micrographiques parallèles.

4.1.1 - Energies d'activation

Entre 120 et 325° C, la variation de l'énergie d'activation est linéaire en fonction de la température pour les monocristaux comme pour les polycristaux (fig. 28, 29, 30, 31, voir 3 - 1 - 2 et tableaux I, II, III, IV). La pente identique des droites obtenues indique que les mécanismes pré-sidant à la déformation du métal sont les mêmes pour les monocristaux et les polycristaux d'uranium technique ou électrolytique. Remarquons que ces droites ne passent pas par la température du zéro absolu, ce qui laisse prévoir l'existence à basse température, soit d'un autre palier d'énergie d'activation [39], soit d'une décroissance non linéaire de l'énergie d'activation avec la température décroissante.

4.1.2 - Observations micrographiques

L'échantillon n° 72 a été soumis au fluage pendant 20 h, à 200° C, sous 7 500 g/mm², puis examiné sur structure gravée thermiquement, à la sortie de l'appareillage (fig. 47). Ce monocristal s'est déformé par glissement (010) [100] sans traces de glissement dévié, et macles (130) nombreuses et d'écartement non uniforme dont l'origine ne saurait être thermique. Contrairement à ce que l'on observe en haut de la phase α , le glissement (010) est prépondérant à cette température vis-à-vis du maclage (130).

4.1.3 - Interprétation des résultats

Par analogie avec le comportement de nombreux métaux aux températures inférieures au palier de glissement dévié [53] [54], la déformation de l'uranium peut être contrôlée par un mécanisme d'intersection de la forêt des dislocations par celles en mouvement dans les divers plans de glissement possibles. L'intersection n'a lieu que si l'agitation thermique se superpose à l'action des contraintes locales ; en ce cas, l'énergie d'activation varie linéairement avec la température [55].

Notons que cette énergie d'activation dépend également du champ de contraintes locales, et par la-même de la charge appliquée, relation que nous n'avons pu établir en raison de la gamme trop étroite de tensions utilisée dans nos essais.

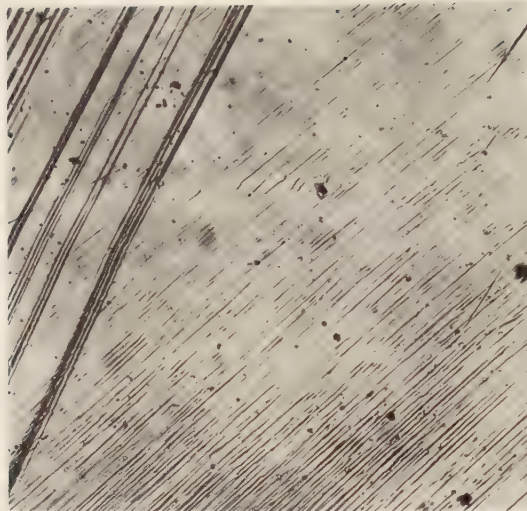


Figure 47 : Monocristal d'uranium technique observé directement après fluage à 200° C. Ech. : 72.
Ce monocristal s'est déformé par glissement (010) dense et maillage (130) non uniforme.

4.2 - FLUAGE ENTRE PALIERS D'ENERGIE D'ACTIVATION

Ces domaines de température, assez réduits, s'étendent de 415 à 520° C pour les polycristaux, de 450 et 480° C jusqu'à 520° C pour les monocristaux d'uranium électrolytique et technique.

4.2.1 - Courbes de fluage

Pour ces températures, on n'observe pas de fluage à vitesse constante, mais un ralentissement continu de la déformation au cours du temps. Seule s'élimine une partie des dislocations, soit antérieures au fluage, soit émises en cours de déformation. L'agitation thermique est suffisante pour provoquer le glissement dévié des dislocations-vis, mais trop faible pour permettre l'annihilation par montée de toutes les dislocations-coins.

4.2.2 - Energies d'activation

En raison des différentes valeurs d'énergie d'activation observées pour les paliers à haute température, nous avons défini trois domaines pour lesquels ses variations en fonction de la température croissent :

- entre 415 et 520° C pour les polycristaux d'uranium technique et électrolytique à gros grains (240 microns) ou à grains fins (30 microns) (fig. 17, voir 2 - 3 - 3, 28, 29, voir 3 - 1 - 2, et tableaux I, II, V).
- entre 450 et 520° C pour les monocristaux d'uranium électrolytique, (fig. 31, voir 3 - 1 - 2 et tableau IV).
- entre 480 et 520° C pour les monocristaux d'uranium technique (fig. 30, voir 3 - 1 - 2 et tableau III).

A chaque température, les valeurs observées sont égales à la somme pondérée des énergies d'activation correspondant aux mécanismes de glissement dévié et de montée des dislocations-coins liée à l'autodiffusion [39].

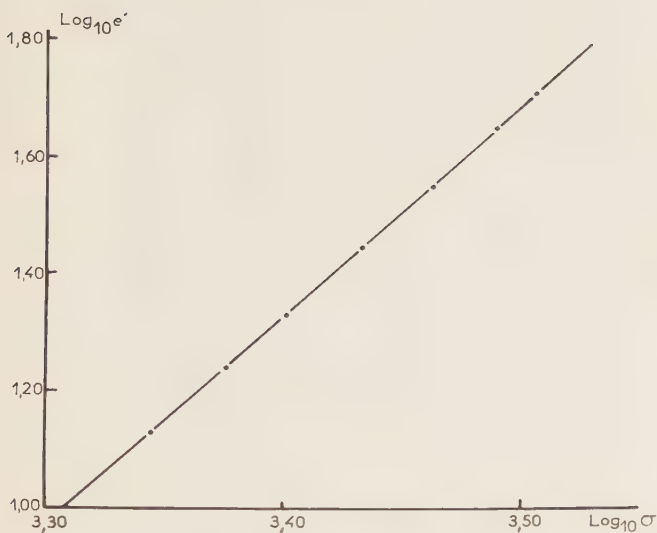


Figure 48 : Variation de la vitesse de fluage en fonction de la charge pour l'uranium technique polycristallin. Ech. : 72. - 507° C - $n = 3,7$.

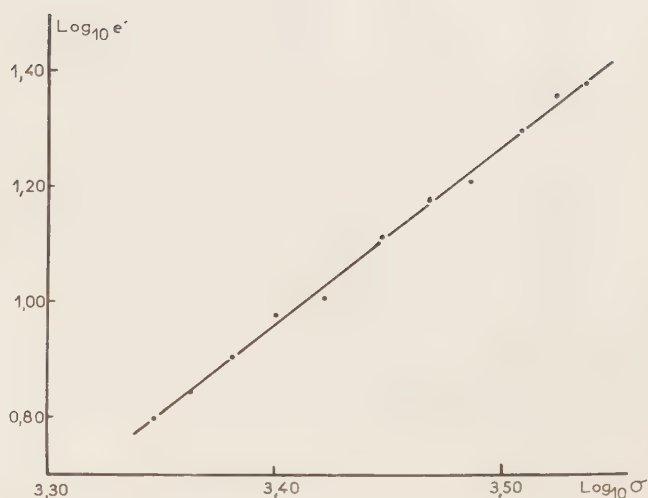


Figure 49 : Idem pour l'uranium électrolytique polycristallin. Ech. : 74 - 471° C - $n = 3,1$.

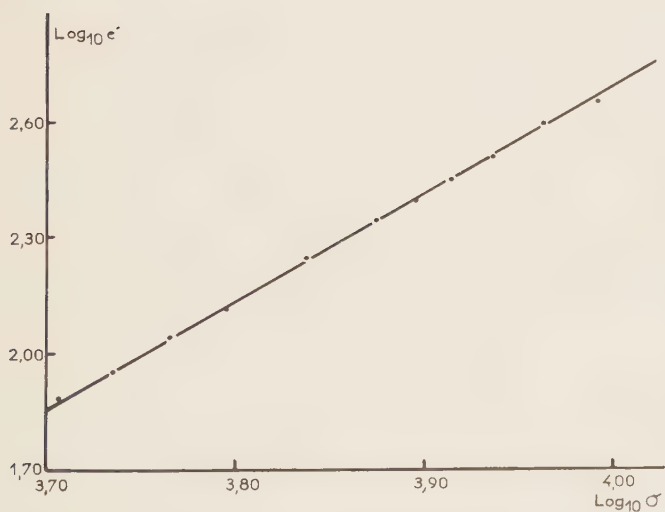


Figure 50 : Variation de la vitesse de fluage en fonction de la charge pour l'uranium technique monocristallin. Ech. : 76 - 490° C - $n = 2,8$.

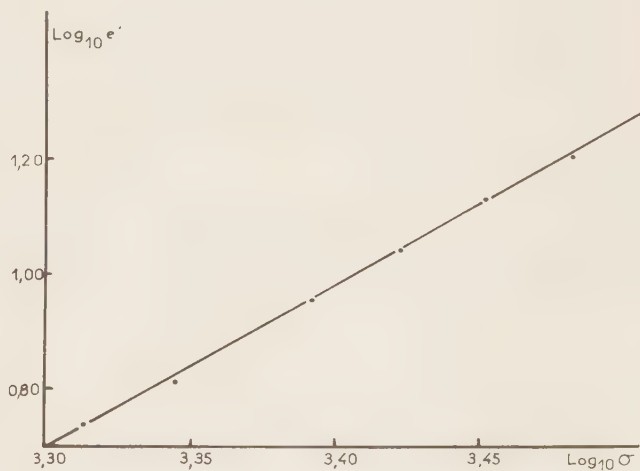


Figure 51 : Idem pour l'uranium électrolytique monocristallin. Ech. : 78 - 473° C - $n = 2,7$.

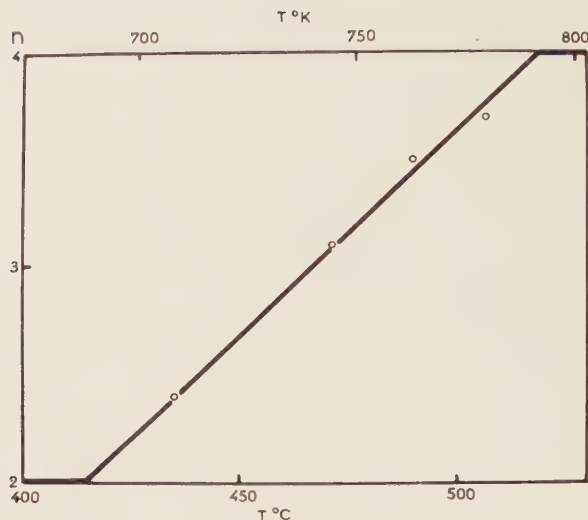


Figure 52 : Variation de l'exposant n en fonction de la température de fluage pour les polycristaux d'uranium technique ou électrolytique.

4.2.3 - Variations de charge

L'examen des courbes vitesse de fluage-charge appliquée, soit $\dot{\epsilon} = f(\sigma^n)$, (fig. 48, 49, 50, 51 et tableaux VI, VII, VIII et IX) montre une variation linéaire de cet exposant n en fonction de la température d'essai. La figure 52 rassemble les différentes mesures effectuées sur des échantillons monocristallins et polycristallins des deux variétés d'uranium.

4.2.4 - Observations micrographiques

Le monocristal n° 76 a flué 20 heures à 490° C sous charge variable et a été observé directement à la sortie de l'appareillage. La micrographie 53 révèle la présence du glissement (010) [100] dévié par le glissement (001) [100]. Les lignes de glissement sont beaucoup plus serrées que dans le domaine de température où seul le glissement dévié intervient. Les sous-joints sont marqués, ce qui tend à prouver que les dislocations-coins peuvent s'annihiler par montée et réarrangement ultérieur à l'intérieur de ces sous-joints.

De même l'observation micrographique d'un polycristal n° 79 soumis au fluage à 450° C montre, en plus du système de glissement dévié, la formation d'un réseau lâche de polygonisation produit par la déformation (fig. 54). Le réarrangement des dislocations en parois s'effectue simultanément par glissement dévié des segments-vis et montée des segments-coins, hors de leur plan de glissement, suivant un processus de diffusion [40].

4.2.5 - Interprétation des résultats

Ces différentes observations soulignent que, dans les domaines de température envisagés, le fluage des polycristaux et des monocristaux est contrôlé par deux mécanismes simultanés : glissement dévié et montée des dislocations-coins par diffusion. Au fur et à mesure que la température de l'essai augmente, ce dernier mécanisme tend à devenir prépondérant. Si la totalité des dislocations-vis est éliminée par glissement, toutes les portions-coins correspondantes ne peuvent s'annihiler par montée, tant que la température reste inférieure à 520° C, en raison de l'amplitude trop faible des fluctuations thermiques locales. Il n'est plus possible alors d'observer de période de fluage secondaire, à vitesse de déformation constante. A chaque température, les caractéristiques de fluage sont égales à la somme pondérée de celles définissant chaque mécanisme unique.

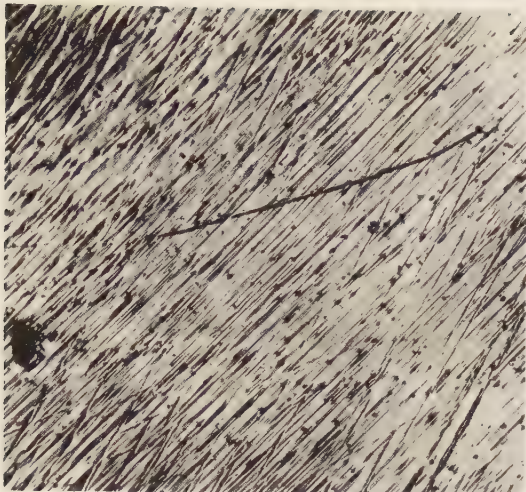


Figure 53 : Monocrystal d'uranium technique observé directement après fluage à 490° C. (× 150). Ce monocrystal s'est déformé par glissement dévié très dense. Les sous-joints sont marqués et élargis.



Figure 54 : Polycrystal d'uranium électrolytique observé directement après fluage à 450° C. Ech. : 79. (×300). On remarquera, en plus du glissement dévié, la formation d'un réseau de cellules de polygonisation.

4.3 - FLUAGE EN PHASE β

Nous avons vu au chapitre I que le fluage de l'uranium était contrôlé, en haut de phase α , par la diffusion. Il nous a paru intéressant de déterminer si ce mécanisme intervenait toujours en phase β , après passage du point de transformation. Nos essais ont porté sur de l'uranium soit électrolytique, soit technique à gros grains irréguliers, refroidi lentement à partir de la phase β jusqu'à l'ambiante, avant d'être placé dans l'appareillage. Rappelons que la structure α ainsi introduite reste stable, puisqu'un recuit ultérieur du métal n'apporte aucune évolution morphologique.

4.3.1 - Courbes de fluage

L'examen des courbes de fluage met en évidence une déformation nettement plus rapide de l'uranium en phase β , aussi bien dans les stades primaire que secondaire. En effet la vitesse de fluage instantanée peut se mettre sous la forme,

$$e' = A (st, \sigma, T) \exp \left(- \frac{Q}{k T} \right) \quad (\text{voir 2 - 1 - 1})$$

Si la température d'essai est nettement plus élevée en phase β qu'en phase α , l'augmentation seule de température, c'est-à-dire les variations du terme $\exp \left(- \frac{Q}{k T} \right)$ n'explique pas totalement les différences constatées pour les vitesses de fluage de l'uranium en α et en β , et modifie également la loi de restauration du métal, soit le terme A. Le passage de l'uranium à la forme quadratique a donc pour effet d'augmenter la vitesse de fluage instantanée, compte tenu du rôle joué par la température d'essai.

D'autre part, le stade secondaire du fluage est atteint après une durée de fluage primaire comparable à celle de l'uranium α , soit une quinzaine d'heures, quelle que soit la température d'essai.

4.3.2 - Energies d'activation

Dans toute l'étendue de la phase β , l'énergie d'activation pour le fluage conserve une valeur sensiblement constante, voisine de 42 000 cal/mole. Les figures 55 et 56, les tableaux X et XI

rassemblent les résultats obtenus. Ces valeurs, indépendantes de la tension appliquée (de 400 à 1 000 g/mm²) sont identiques pour les deux variétés d'uranium étudiées.

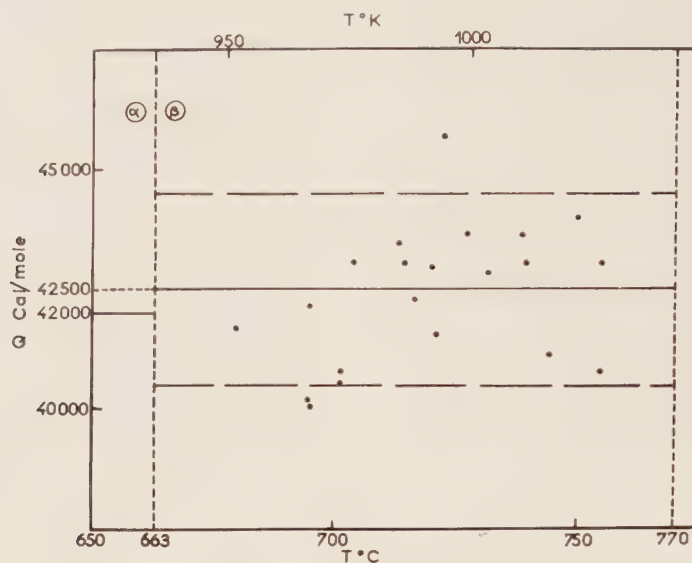


Figure 55 : Energies d'activation pour le fluage de l'uranium technique en phase β .

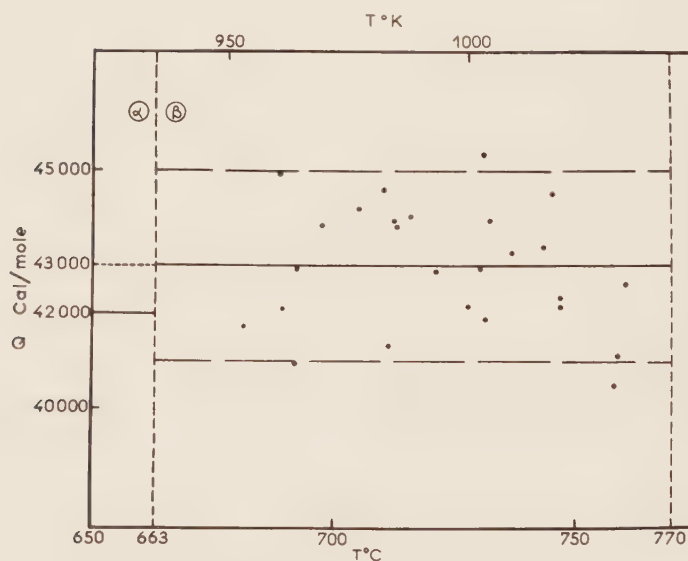


Figure 56 : Energies d'activation pour le fluage de l'uranium électrolytique en phase β .

4.3.3 - Observations micrographiques

Etant donné qu'il n'est pas possible de ramener à la température ambiante, la structure du métal en phase β , même par trempe rapide, nous n'avons pu observer les systèmes de déformation dans ce domaine de température. Seul un appareillage d'observation de la structure à haute température permettrait d'aborder cette étude.

4.3.4 - Interprétation des résultats

Les valeurs observées pour l'énergie d'activation pour le fluage en phase β sont comparables à celles déterminées par les radiotraceurs par ADDA pour l'autodiffusion [56]. Comme le montre

en outre l'existence d'un stade secondaire à vitesse de déformation constante, le mécanisme contrôlant le fluage dépend de la diffusion de l'uranium en phase β , lorsque l'état d'équilibre entre les vitesses de durcissement et de restauration est atteint.

Il est probable, dans ces conditions, que le mécanisme mis en oeuvre en phase β est analogue à celui qui contrôle la déformation de la phase α au-dessus de 520° C. Si dans cette hypothèse, seules les portions-coins de chaque dislocation jouent un rôle prépondérant, ces segments s'annihilent par montée hors de leur plan de glissement et se réarrangent en parois en formant des sous-joints. Le passage de l'uranium α à la forme quadratique n'a pour effet, compte tenu de l'élévation de la température de fluage, que d'augmenter la vitesse de déformation instantanée. A ce dernier titre, il est probable que la mobilité accrue des impuretés au sein du métal puisse jouer un rôle important.

CHAPITRE V

FLUAGE D'ALLIAGES URANIUM-MOLYBDENE EN PHASE α

Il nous a paru intéressant de déterminer les modifications qu'entraîne l'addition d'un élément d'alliage couramment utilisé dans l'industrie nucléaire, le molybdène. Notre étude porte principalement sur les caractéristiques principales des courbes de fluage, c'est-à-dire énergies d'activation, durée de fluage primaire, vitesse de déformation sous des conditions identiques de charge et de température, pour des tailles de grains du même ordre de grandeur.

5.1 - CONDITIONS EXPERIMENTALES

Les deux variétés d'alliage étudiées ont été soumises à des traitements thermiques et mécaniques analogues, mais ont des structures nettement différentes.

5.1.1 - Alliages U - Mo

Nous avons utilisé et comparé les trois variétés suivantes :

- l'uranium technique contenant environ 500 ppm d'impuretés (fig. 4, voir 1 - 2)
- l'alliage à 0,5 % de molybdène en poids.
- l'alliage à 1,1 % de molybdène.

Tableau 57

Composition de l'uranium et de ses alliages au molybdène
Teneurs en 10^{-6} (p.p.m.) des principales impuretés

Eléments	Fe	Al	C
U non allié	22	150	90
U. Mo 0,52 %	54	180	450
U. Mo 1,57 %	62	170	490

Nous donnons tableau 57, la composition exacte de ces matériaux ainsi que les quantités des principales impuretés décelées.

5.1.2 - Traitements mécaniques et thermiques préalables

Partant de lingots bruts de fonderie, moulés à chaud, nous avons amené ces alliages à l'état de plaquettes parallélépipédiques, par laminages à froid successifs de l'ordre de 50 % suivis de recuits intermédiaires de 12 h. à 720° C (en phase $\beta + \gamma$) avec refroidissement lent dans le four (100° C/h). Nous avons soumis nos échantillons à un dernier recuit, avant fluage, de 48 h à 720° C suivi du même refroidissement lent.

Il est certain que ces divers traitements ne confèrent pas à ces alliages des structures intragranulaires analogues, car la vitesse de refroidissement est beaucoup trop rapide. La répartition de la phase γ est, en particulier, différente pour les deux concentrations de molybdène étudiées [57]. Chaque grain est composé de lamelles parallèles alternées des phases α et γ , correspondant à des concentrations différentes de molybdène dissous dans l'uranium. En effet, le molybdène ne présente de solubilité solide complète qu'en phase β pour l'alliage à 0,5 % et qu'en phase γ pour l'alliage à 1,1 %. Néanmoins nous avons appliqué ces traitements, dans le but d'obtenir une taille de grain comparable à celle de l'uranium α non allié, aussi voisine que possible de 30 microns. Les grains obtenus pour ces alliages présentent des contours très irréguliers, comme le montrent les micrographies 58 et 59 prises en lumière polarisée sur échantillons polis au bain acide orthophosphorique butylglycol. La structure de ces alliages biphasés ($\alpha + \gamma$) n'évolue plus par recuit ultérieur en-dessous de 630° C. Nous avons cependant procédé, avant toute mise en charge, à un recuit dans notre appareillage de 12 heures à 600° C afin de stabiliser la microstructure avant fluage.

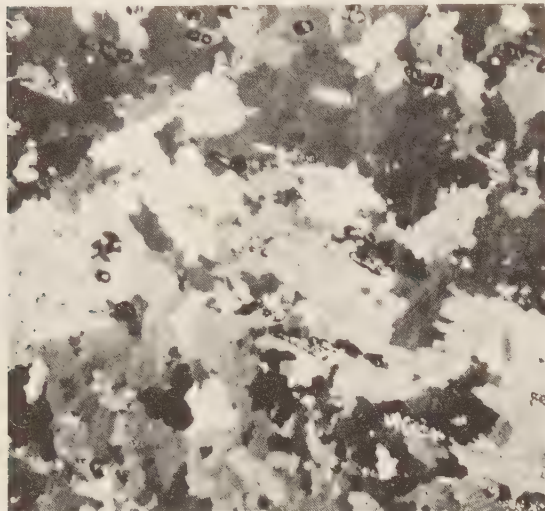


Figure 58 : Alliage U-Mo polycristallin à 0,5 % recuit 48 h à 720° C. ($\times 150$).
Les grains de diamètre 30 microns ont des contours très irréguliers.

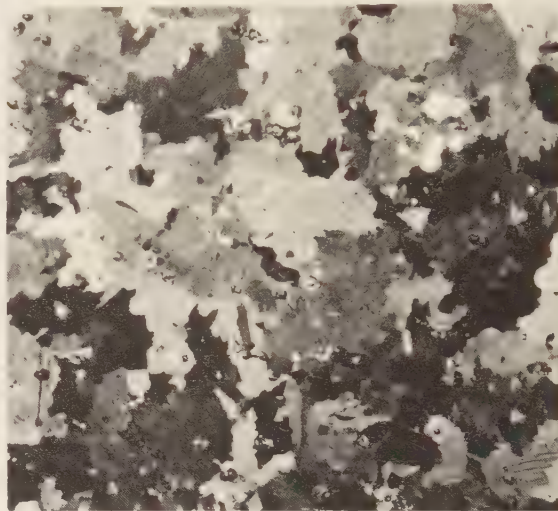


Figure 59 : Alliage U-Mo polycristallin à 1,1 % recuit 48 h à 720° C. ($\times 150$).
Même remarque.

5.2 - OBSERVATIONS EXPERIMENTALES

Ces observations, principalement quantitatives, ne nous ont pas permis de préciser les systèmes de déformation de ces polycristaux.

5.2.1 - Energies d'activation

L'uranium et ses alliages présentant une vitesse de fluage secondaire trop faible en phase α ($< 10^{-8} \text{ sec}^{-1}$), nous avons effectué nos essais en fluage primaire. Les courbes énergie d'activation-température sont reproduites figure 60, dans un domaine de température s'étendant de 415 à 630° C. Les tableaux XII et XIII rassemblent ces résultats [58].

Au-dessus de 520° C, on remarque :

- que l'énergie d'activation pour le fluage conserve, jusqu'en haut de la phase α , une valeur constante lorsque la température varie, égale à :

- 42 000 cal/mole pour l'uranium non allié (voir 2-3-1).
- 48 000 cal/mole pour l'alliage U-Mo à 0,5 %.

- 58 000 cal/mole pour l'alliage U-Mo 1,1 %

- que les paliers d'énergies d'activation débutent, pour l'uranium comme pour ses alliages, à une même valeur de la température, soit 520° C.

- que l'énergie d'activation correspondante croît linéairement avec la concentration de molybdène (fig. 61), du moins dans l'intervalle de concentration étudié.

- que l'énergie d'activation, dans le domaine de tensions utilisées (de 2 200 à 6 600 g/mm²), est indépendante de la charge appliquée aux échantillons.

Entre 415 et 520° C, la variation de l'énergie d'activation (fig. 60) croît de façon monotone en fonction de la température. Aux plus basses températures étudiées, soit 415° C, les énergies d'activation de l'uranium et de ses alliages deviennent égales, soit 32 000 cal/mole.

5.2.2 - Courbes de fluage

De façon à éliminer l'influence du paramètre diamètre de grain, rappelons que nos échantillons ont des tailles de grain voisines, de l'ordre de 30 à 40 microns.

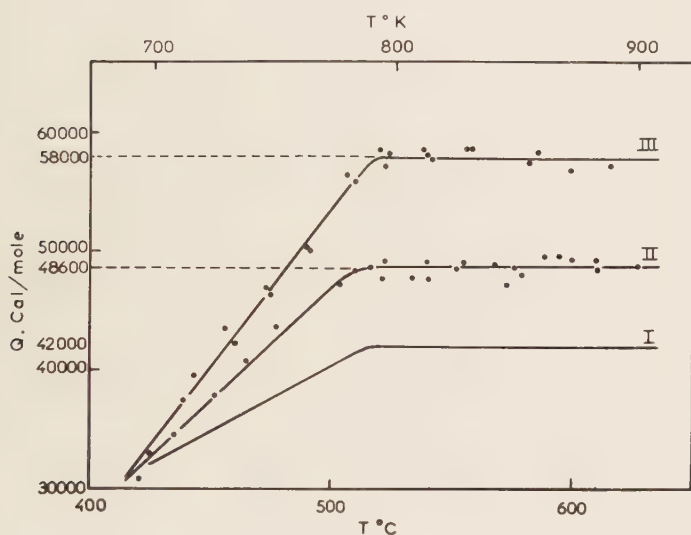


Figure 60 : Energies d'activation pour le fluage de :

- I : l'uranium technique
- II : l'alliage U-Mo à 0,5 %
- III : l'alliage U-Mo à 1,1 %.

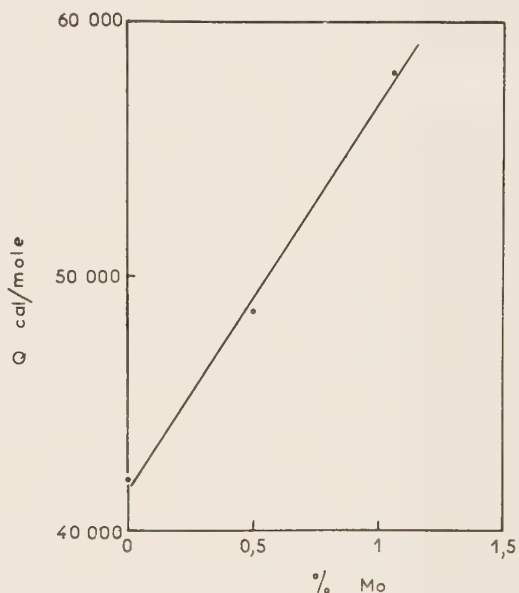


Figure 61 : Variation de l'énergie d'activation pour le fluage en fonction de la concentration de molybdène.

L'examen des courbes de fluage obtenues sous même charge (1300 g/mm²) aux températures de 550, 600 et 630° C, montre (fig. 62, 63, 64) que :

- la déformation totale des échantillons, après un temps donné, est la plus faible pour l'alliage à 0,5 % et la plus forte pour l'uranium non allié.

- les durées de fluage primaire sont pour les trois variétés pratiquement identiques à une même température de fluage

- les périodes de fluage primaire sont d'autant plus courtes que la température est plus élevée.

D'autre part, la comparaison des vitesses de fluage secondaire de l'uranium et de ses alliages, sous même charge (1300 g/mm²) et à même température (550, 600, 650° C) dans le domaine de températures où l'énergie d'activation reste constante conduit aux considérations suivantes :

- à toute température, la vitesse de fluage secondaire augmente lorsque l'on passe de l'alliage à 0,5 % à l'alliage à 1,1 % et à l'uranium non allié.

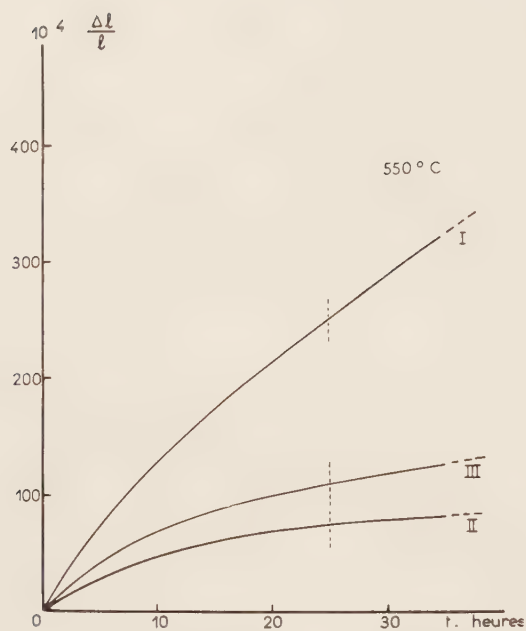


Figure 62 : Courbes de fluage sous 1300 g/mm² à 550° C de :

- I : l'uranium non allié
- II : l'alliage U-Mo à 0,5 %
- III : l'alliage U-Mo à 1,1 %.

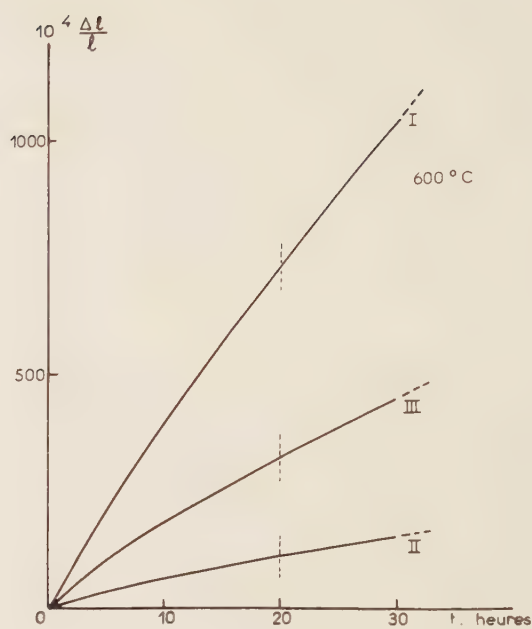


Figure 63 : Idem à 600° C.

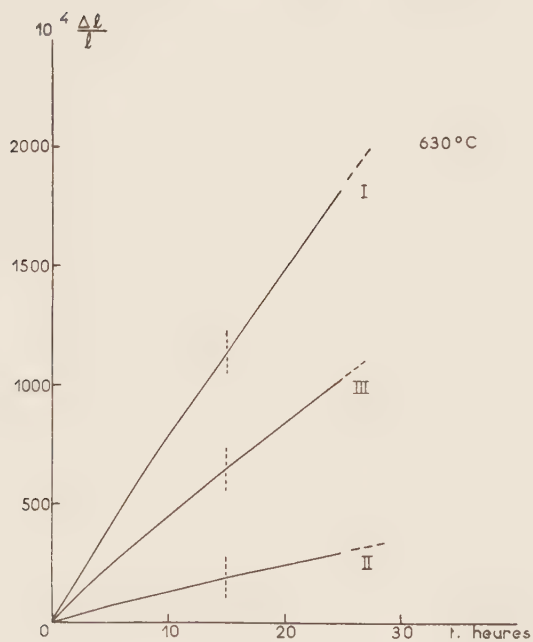


Figure 64 : Idem à 630° C.

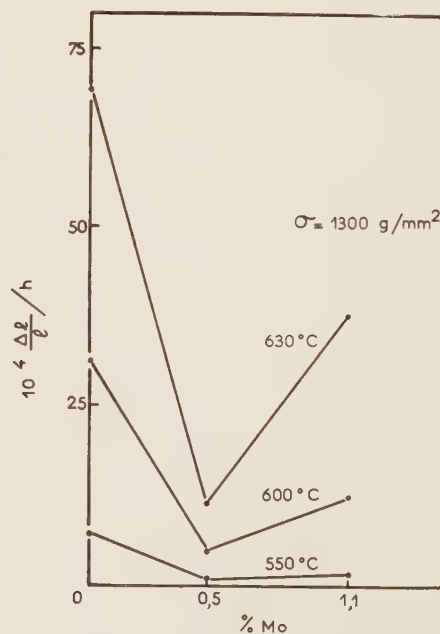


Figure 65 : Histogramme des vitesses de fluage secondaire en fonction de la concentration en molybdène.

- cette variation est, en fonction de la température d'essai, minimale pour l'alliage à 0,5 % et maximale pour l'uranium non allié.

- la différence de vitesses de fluage entre les 3 matériaux est d'autant mieux marquée que la température d'essai est plus élevée.

Nous reproduisons figure 65 un histogramme des variations de la vitesse de fluage secondaire en fonction de la concentration en molybdène, pour les différentes températures d'essai envisagées. Au-dessus de 520° C, l'alliage à 0,5 % a la vitesse de fluage la plus faible.

5.2.3 - Observations micrographiques

Tant en raison des faibles tailles de grain obtenues sur ces alliages que des structures lamellaires biphasées de chaque grain, nous n'avons pu mener à bien l'étude micrographique des systèmes de déformation, à l'aide des procédés classiques d'observation. Nous n'avons pas observé, tout du moins par ces techniques, de recristallisation ou de modification des contours de grain au cours du fluage, sans parvenir toutefois à observer le comportement des domaines biphasés constituant chaque grain.

5.3 - INTERPRETATION DES RESULTATS

La mise en évidence de différentes valeurs pour les paliers d'énergie d'activation suggère qu'au-dessus de 520° C, le mécanisme de déformation par fluage de l'uranium et de ses alliages au molybdène est unique dans chaque cas, mais est modifié dans ses caractéristiques, (vitesse de fluage instantanée, énergie d'activation, microstructure...), par la concentration d'élément d'addition. Par analogie avec le comportement au fluage de l'uranium et des autres alliages métalliques à haute température, le fluage de ces matériaux est vraisemblablement contrôlé par un mécanisme mettant en oeuvre l'échappement des dislocations par diffusion. L'addition de molybdène crée une structure biphasée ($\alpha + \gamma$), dans lequel le molybdène est inégalement réparti, ce qui constitue de nombreux obstacles au déplacement des dislocations dans l'alliage. Hormis la valeur de l'énergie d'activation, l'alliage à 1,1 % a un comportement intermédiaire à celui de l'uranium non allié et à celui de l'alliage à 0,5 %. Ce dernier résultat provient des différences de structures cristallines introduites par les traitements mécaniques et thermiques antérieurs au fluage.

Entre 415 et 520° C, l'accroissement monotone de l'énergie d'activation avec la température indique que plusieurs mécanismes, intervenant simultanément, contrôlent la déformation de l'alliage. La valeur obtenue dans chaque cas, est égale à la moyenne pondérée des différentes énergies d'activation correspondant à chaque mécanisme.

A 415° C, les valeurs identiques de l'énergie d'activation mesurées sur les deux alliages U-Mo et l'uranium non allié, laissent prévoir l'existence d'un palier d'énergie d'activation pour le fluage, dans les mêmes conditions que pour le cas de l'uranium non allié.

CONCLUSIONS GÉNÉRALES

Le comportement au fluage de l'uranium et de ses alliages à faible teneur en molybdène, en fonction de la température peut se décrire comme une suite continue de mécanismes contrôlant tantôt seuls, tantôt simultanément, la vitesse de déformation. Lorsque la température d'essai et par là-même le niveau des fluctuations thermiques, augmentent, un mécanisme nouveau intervient et succède au précédent.

Les divers résultats obtenus dans cette étude conduisent aux conclusions suivantes :

1/ Entre 120 et 315° C, le fluage des polycristaux et des monocristaux d'uranium pourrait être contrôlé par un mécanisme unique d'intersection de la forêt des dislocations par celles qui se trouvent en mouvement dans le métal. La déformation du métal s'effectue simultanément par glissement simple et maclage. L'énergie d'activation pour le fluage croît linéairement avec la température et cette variation est identique pour les monocristaux et les polycristaux.

2/ Entre 325° C et une limite supérieure de température allant de 415 à 480° C, suivant le caractère polycristallin ou monocristallin du métal et son degré de pureté, la vitesse de fluage dépend uniquement du déplacement des dislocations-vis suivant un mécanisme de glissement dévié. Si un tel type de glissement est toujours observé sur les polycristaux comme sur les monocristaux, les éléments cristallographiques de ce système de glissement n'ont pu être identifiés expérimentalement que sur monocristaux : il s'agit du glissement (010) [100] dévié par le glissement (001) [100] tous deux ayant une direction commune [100]. Suivant l'orientation respective de la matrice du monocristal et de la direction de la charge appliquée, un système de glissement simple d'un autre type {110} <110> peut se superposer ou non au système de glissement dévié. L'énergie d'activation pour le fluage reste constante dans chacun des domaines de températures définis en fonction de la pureté et du caractère monocristallin ou polycristallin des échantillons d'uranium. Sa valeur reste voisine de 31 500 calories/mole. La vitesse de fluage varie en fonction du carré de la charge appliquée.

3/ Dans le domaine de températures intermédiaires s'étendant jusqu'à 520° C, polycristaux et monocristaux d'uranium se déforment suivant deux mécanismes simultanés d'annihilation, d'une part, des dislocations-vis par le glissement dévié décrit ci-dessus, d'autre part, d'une partie des dislocations-coins par montée hors de leur plan de glissement suivant un processus de diffusion. L'énergie d'activation pour le fluage croît de façon monotone en fonction de la température d'essai envisagée. L'observation micrographique des échantillons après fluage permet de mettre en évidence la présence d'un système de glissement dévié et la formation simultanée d'un réseau très lâche de polygonisation.

4/ De 520° C au haut de la phase α , le comportement au fluage de l'uranium dépend de la microstructure du métal.

a) Pour les polycristaux, le stade primaire du fluage est contrôlé par la vitesse de montée des dislocations-coins empilées sur les impuretés du métal ou incluses dans les écheveaux formés. Le mouvement des dislocations-vis est fortement freiné par la formation de nombreux crans. La vitesse de fluage dépend de la puissance quatrième de la charge appliquée.

En période secondaire, seule intervient l'annihilation par diffusion des dislocations-coins présentes dans le métal sous forme de dipôles, suivant un processus de montée hors de leur plans de glissement respectifs. Les dislocations-coins des empilements et des écheveaux et les dislocations-vis sévèrement crantées sont bloquées et ne jouent plus aucun rôle pour le contrôle de la vitesse de fluage. La vitesse de fluage varie en fonction du carré de la charge appliquée.

En fluage primaire comme secondaire, l'énergie d'activation déterminée sur les polycristaux est constante, de valeur 42 000 calories/mole, voisine de celle déterminée par radiotraceurs pour l'autodiffusion de l'uranium α . L'observation micrographique des échantillons après fluage ne fait apparaître aucune recristallisation ni grossissement du grain susceptibles de se produire en cours de déformation.

b) dans l'état monocristallin imparfait, la vitesse de fluage dépend de la vitesse de montée des dislocations-coins dans les sous-joints et de leur réarrangement ultérieur au sein de ces sous-joints préexistant au fluage. Les valeurs de l'énergie d'activation restent comprises entre des limites extrêmes 52-58 000 calories/mole pour l'uranium électrolytique et 64-72 000 calories/mole pour l'uranium technique. La vitesse de fluage varie en fonction de la puissance quatrième de la charge appliquée. L'observation micrographique des monocristaux directement après fluage permet de mettre en évidence un système de glissement (001) [100] prépondérant, intervenant dans la majorité des cas. A ce système peut venir se superposer un autre système de glissement. Simultanément, il se produit au cours du fluage, une désorientation de plus en plus marquée des divers sous-grains entre eux et, dans le cas d'uranium électrolytique, un déplacement faible des sous-joints.

5/ En phase β , comme en haut de la phase α , le fluage est contrôlé par un mécanisme de montée des dislocations-coins par diffusion. L'énergie d'activation déterminée pour le fluage est égale à 43 000 cal/mole, valeur voisine de celle observée par radiotraceurs pour l'autodiffusion de l'uranium en phase β .

6/ Entre 450 et 630° C, l'addition de faibles teneurs en molybdène à l'uranium modifie les caractéristiques de fluage, tout en conservant des mécanismes de déformation analogues à ceux de l'uranium non allié. La diminution de la vitesse de fluage par rapport à celle de l'uranium non allié est plus forte pour l'alliage à 0,5 % de molybdène que pour l'alliage à 1,1 %. L'énergie d'activation croît avec la teneur en molybdène pour les domaines de températures supérieures à 520° C.

TABLEAUX

Nota

Les différentes notations employées dans ces tableaux sont les suivantes :

- T la température en ° Kelvin
- T_m la température moyenne en cas d'essai à charge constante à deux températures différentes
- ΔT l'écart de températures
- e' la vitesse de fluage exprimée en $10^4 \Delta l/l/h$
- Q l'énergie d'activation en kcal/mole
- σ la charge appliquée en g/mm^2
- n l'exposant de la loi de variation de charge.
- E la référence de l'échantillon.

Tableau I

Energies d'activation pour le fluage de l'uranium
technique polycristallin

E	T _a	ΔT	e ₁ '	e ₂ '	Q	σ
1	510	20	1,7	3,4	42,49	810
2	534	16	8,7	14,5	41,75	1600
	549	15	15,0	24,0	42,39	
38	256	15	2,8	5,6	25,81	1215
	292	23	7,6	21,0	28,12	
	329	16	7,5	15,0	31,39	
39	221	26	4,5	15,5	23,23	1760
	314	28	9,0	30,0	29,59	
	341	26	2,7	7,9	31,06	
40	295	24	0,65	1,9	28,80	2190
	316	19	1,05	2,4	30,14	
	335	18	1,3	2,8	31,43	
	352	17	0,75	1,5	31,90	
	373	25	0,9	2,3	31,29	
41	332	23	3,8	10,0	30,72	1360
	351	16	11,0	21,0	31,49	
	425	20	15,5	30,0	32,03	
	447	25	15,5	36,0	34,94	
	503	24	16,0	36,0	40,68	
42	204	24	4,5	15,0	22,85	950
	225	12	4,6	8,3	24,92	
	242	23	7,0	21,5	25,98	
	321	22	6,2	16,0	30,40	
	347	30	5,6	19,0	31,34	
	371	18	8,1	16,0	31,24	
	389	18	7,1	13,5	31,25	
	416	26	7,6	18,1	31,19	
	433	20	8,2	16,0	33,28	
68	121	26	15,0	60,0	16,54	3120
	148	24	8,0	30,0	19,51	
	181	11	3,4	6,0	21,23	
	201	28	4,1	16,0	21,82	
	228	27	8,0	29,0	24,00	
69	162	22	2,8	9,1	20,26	3510
	187	28	3,2	13,0	21,20	
	213	14	4,5	9,0	23,38	
72	398	20	4,0	8,0	31,20	1605
	476	24	6,0	13,4	37,69	
	502	26	13,0	32,0	40,15	
73	488	20	9,6	18,8	38,96	3400

Tableau II

Energies d'activation pour le fluage de l'uranium
électrolytique polycristallin

E	T _a	ΔT	e ₁ '	e ₂ '	Q	σ
3	175	14	6,5	13,5	20,99	1850
	193	23	5,5	19,0	23,47	
	215	20	2,3	6,4	24,33	
	235	20	4,3	11,5	25,33	
	266	23	6,5	21,0	28,57	
	280	25	7,2	23,5	28,94	
	307	29	6,0	23,0	31,25	
	335	26	4,1	12,5	31,69	
	368	41	4,3	21,0	31,78	
	400	22	4,4	9,5	31,70	
	425	28	2,4	6,1	32,43	
	454	15	6,2	16,9	35,38	
	480	23	7,2	15,4	37,78	
	504	24	6,1	13,4	39,43	
	531	18	3,3	6,0	43,00	
	546	12	6,0	8,8	43,07	
	569	20	8,8	16,4	43,26	
43	579	15	16,4	25,0	41,20	2140
	250	19	7,2	18,3	26,86	
	270	20	5,7	14,2	26,89	
	293	26	6,3	20,4	28,95	
	320	28	5,6	19,0	30,72	
	347	26	6,8	19,8	31,57	
	373	26	5,4	15,0	32,69	
	401	31	8,4	25,2	32,23	
	432	31	5,5	16,2	34,72	
	468	41	5,7	22,4	36,67	

Tableau III

Energies d'activation pour le fluage de l'uranium technique monocristallin

E	T _a	ΔT	e ₁ '	e ₂ '	Q	σ
4	551	16	2,1	4,5	64,57	2680
	552	22	1,6	4,7	66,71	
	557	12	2,9	5,1	64,90	
	558	11	3,3	5,6	66,70	
	563	21	3,3	9,0	66,67	
	566	15	4,4	9,0	67,45	
5	576	27	0,8	2,7	65,09	2850
	602	14	2,7	7,85	63,12	
	628	13	2,7	4,6	66,34	
6	596	19	4,15	9,25	63,82	2910
	613	15	4,75	8,75	63,89	
7	242	18	6,4	14,4	25,79	3280
	263	25	4,2	13,2	26,33	
	283	14	4,8	9,0	27,64	
	299	18	4,9	10,8	28,82	
	318	20	4,9	11,8	30,72	
	333	11	3,75	6,0	31,43	
	353	28	2,4	7,4	31,47	
	377	20	4,5	9,6	31,94	
	400	26	3,6	9,0	31,92	
	439	17	0,85	1,45	32,04	
	459	22	1,45	2,75	31,26	
	477	14	2,75	4,1	32,04	
	495	23	4,1	9,9	45,22	
	517	21	3,0	9,0	65,37	
	536	17	3,6	8,5	66,19	
	555	20	8,5	22,0	65,23	
44	365	11	1,8	2,75	31,52	5860
	380	19	2,75	5,5	31,15	
	400	21	4,65	9,55	31,00	
	420	18	1,1	2,0	31,94	
	440	22	2,0	3,9	30,86	
	461	21	3,9	7,2	31,60	
	480	17	7,2	11,5	31,39	
	502	26	8,1	23,4	49,02	
45	300	18	0,3	0,7	29,74	5275
	322	26	0,7	2,2	31,23	
	345	23	1,4	3,6	31,49	
	367	19	1,35	2,8	31,41	
	385	17	1,2	2,2	30,82	
	414	40	1,7	6,5	31,60	
	448	28	4,4	10,0	30,43	
	485	24	7,7	16,0	35,06	
46	397	25	0,75	1,8	31,47	3940
	418	17	1,8	3,2	32,43	
	441	28	0,85	2,0	31,10	
	461	15	2,0	3,1	31,52	
	475	15	4,25	6,5	31,76	
	491	17	6,5	12,0	42,30	
47	425	17	0,45	0,75	32,12	3610
	442	16	0,75	1,25	32,00	
	458	17	1,25	2,05	31,40	
	474	14	2,05	3,10	32,85	
	510	16	15,2	32,5	58,30	
70	262	25	1,55	4,9	26,38	4900
	283	17	3,4	7,2	27,37	
	303	18	3,4	7,6	29,52	
	323	26	1,15	3,5	30,37	
	346	20	2,2	5,0	31,57	

Tableau IV

Energies d'activation pour le fluage de l'uranium
électrolytique monocristallin

E	T _a	ΔT	e ₁ '	e ₂ '	Q	σ
8	583	13	6,5	10,6	55,14	3480
	601	12	23,0	52,0	56,61	
9	340	23	0,65	1,75	32,25	2090
	362	20	1,4	3,0	30,67	
	386	28	2,45	6,7	31,25	
	414	29	1,7	4,5	31,75	
	438	18	2,8	4,8	30,46	
	458	22	3,2	6,3	32,93	
	480	23	1,4	3,3	42,38	
	505	27	2,5	7,5	49,31	
	529	20	3,3	8,0	56,83	
	551	24	2,5	6,6	54,92	
	573	20	4,1	9,0	56,10	
	592	18	7,0	13,4	54,23	
10	375	12	7,0	11,0	31,57	4800
	383	23	2,5	5,9	32,17	
	389	16	4,5	8,0	31,27	
	409	28	3,5	9,0	31,64	
	410	26	5,3	13,0	32,14	
	435	26	5,8	13,0	31,15	
	436	27	6,0	14,1	32,01	
	460	20	5,3	10,0	34,19	
	481	22	10,0	23,0	43,04	
	504	14	23,0	62,0	49,96	
	522	13	62,0	110,0	56,13	
	211	18	0,7	1,9	25,93	
	231	22	1,0	3,3	27,55	
	252	20	1,5	4,2	28,36	
	271	18	3,5	8,7	29,85	
48	288	16	7,5	16,5	31,01	6300
	304	16	15,0	31,0	30,27	
	319	14	28,0	54,0	32,91	
	335	18	49,0	103,0	30,46	
	331	25	3,5	10,2	31,32	
	342	36	3,9	18,0	32,13	
	358	29	4,8	15,6	32,40	
	372	24	5,2	13,0	31,76	
	383	20	4,5	9,6	32,53	
	398	28	9,4	24,8	32,52	
	403	26	2,8	7,2	31,94	
	417	29	4,8	13,1	32,05	
49	433	35	4,6	14,4	32,44	3540
	435	27	6,1	13,8	30,31	
	459	17	13,9	23,2	32,37	

Tableau V

Energies d'activation pour le fluage de l'uranium technique
polycristallin à gros grains

E	T _a	ΔT	e ₁ '	e ₂ '	Q	σ
11	529	26	11,5	27,0	42,05	1040
	553	23	23,0	47,0	42,35	
	578	27	44,0	98,0	42,82	
	601	19	75,0	125,0	41,27	
	621	21	118,0	205,0	42,20	
50	341	28	1,1	3,4	30,36	2700
	361	12	3,5	5,5	30,21	
	380	26	3,5	9,0	30,94	
240 Microns	401	16	7,0	12,0	30,46	
	423	28	8,5	21,5	32,10	
	447	21	15,5	32,0	35,72	
	477	38	25,0	88,0	37,23	
	505	18	49,0	90,5	41,00	

Tableau VI
Variations de charge pour l'uranium technique
polycristallin

E	T	e'	$\bar{e}$	n
12	539	63,0	2910	4,00
		80,0	3075	
		125,0	3420	
		170,0	3725	
		245,0	4070	
		300,0	4280	
13	547	20,5	1515	3,80
		29,0	1670	
		46,0	1860	
		72,0	2095	
		90,0	2235	
		108,0	2330	
14	556	8,0	1225	3,80
		15,0	1450	
		27,0	1690	
		50,0	2000	
		122,0	2430	
		140,0	2635	
15	579	11,0	1080	3,90
		20,0	1270	
		44,0	1550	
		96,0	1910	
		170,0	2210	
		230,0	2370	
51	387	24,3	5910	2,10
		25,9	6090	
		27,0	6260	
		28,5	6390	
		29,7	6540	
		31,4	6680	
52	407	32,0	6770	2,20
		30,0	5175	
		34,5	5520	
		37,5	5720	
		43,5	6225	
		49,0	6420	
72	507	12,9	2215	3,70
		17,4	2380	
		21,4	2515	
		28,0	2710	
		36,0	2905	
		45,2	3085	
		52,2	3211	

Tableau VII
Variations de charge pour l'uranium électrolytique
polycristallin

E	T	e ¹	σ	n
16	526	27	1635	4,00
		40	1805	
		54	1925	
		76	2100	
		100	2255	
17	568	4	560	4,10
		8	660	
		11	695	
		14	760	
		20	815	
		28	905	
		42	1005	
		46	1010	
		66	1100	
		92	1195	
18	602	23	595	4,10
		42	685	
		50	715	
		86	825	
		96	830	
		158	945	
		180	965	
		240	1040	
		290	1105	
		320	1125	
19	635	7	450	3,90
		16	530	
		18	550	
		28	655	
		39	695	
		42	750	
		72	835	
		92	905	
		110	935	
		170	1025	
53	380	26	4585	2,30
		28	4725	
		30	4890	
		33	5060	
		36	5255	
		38	5410	

E	T	e'	c	n
54	389	42	5645	2,20
		44	5775	
		47	5925	
		49	6040	
		54	6295	
		58	6475	
		42	4595	
		44	4685	
55	398	50	4980	2,00
		53	5115	
		57	5290	
		60	5415	
		67	5680	
		71	5825	
		73	5935	
		45	4730	
73	435	48	4865	2,40
		51	5030	
		53	5145	
		56	5280	
		58	5370	
		65	5680	
		69	5865	
		75	6080	
74	471	103	2195	3,10
		125	2380	
		155	2580	
		165	2770	
		210	2940	
		250	3135	
		290	3290	
		330	3495	
75	490	63	2220	3,50
		70	2300	
		80	2395	
		95	2495	
		110	2630	
		130	2775	
		150	2905	
		170	3030	
		200	3180	
		230	3300	
		240	3405	
		130	2125	
		170	2280	
		195	2380	
		230	2485	
		280	2630	

Tableau VIII
Variations de charge pour l'uranium technique
monocristallin

E	T	e'	σ	n
20	540	1,0	1410	4,10
		1,2	1485	
		1,5	1550	
		1,8	1635	
		2,4	1750	
		3,2	1880	
21	575	1,0	1295	4,10
		1,45	1420	
		1,65	1465	
		2,2	1575	
		3,1	1710	
		4,1	1839	
22	610	12,8	1280	4,20
		17,0	1400	
		19,5	1440	
		25,0	1540	
		32,0	1635	
		41,0	1745	
		54,0	1850	
		61,0	1925	
23	635	18,0	1280	4,00
		24,0	1365	
		30,0	1465	
		41,0	1580	
		50,0	1650	
		61,0	1730	
		77,0	1835	
56	332	7,0	5125	2,20
		8,0	5495	
		9,0	5795	
		10,0	6115	
		12,5	6675	
		13,5	6980	
		14,5	7260	
		16,5	7580	
		17,5	7945	
57	451	40,0	4500	2,30
		52,0	5030	
		57,0	5250	
		62,0	5455	
		68,0	5635	
		72,0	5805	
		81,0	6100	
		100,0	6735	
76	490	77,0	5085	2,80
		90,0	5435	
		110,0	5905	
		130,0	6250	
		175,0	6885	
		220,0	7510	
		250,0	7815	
		280,0	8235	
		320,0	8640	
		450,0	9835	

Tableau IX
Variations de charge pour l'uranium électrolytique
monocristallin

E	T	e'	σ	n
24	544	19,0	530	3,90
		32,0	620	
		67,0	740	
		132,0	880	
		180,0	995	
		325,0	1095	
25	591	29,0	2005	4,10
		36,0	2125	
		45,0	2245	
		62,0	2435	
		81,0	2580	
		97,0	2725	
26	622	2,2	1275	4,10
		2,65	1325	
		3,65	1430	
		5,0	1540	
		6,5	1655	
27	642	2,5	1005	4,00
		4,8	1195	
		8,0	1315	
		10,5	1450	
		19,1	1675	
58	383	17,0	5725	2,00
		17,5	5815	
		20,5	6240	
		22,0	6485	
59	413	52,0	4140	2,30
		56,0	4265	
		59,0	4355	
		62,0	4480	
		66,0	4595	
		70,0	4715	
		74,0	4850	
		77,0	4940	
60	435	2,7	2095	2,20
		3,2	2265	
		3,6	2415	
		4,2	2560	
		5,2	2835	
61	450	6,1	1865	2,30
		6,8	1960	
		7,4	2025	
		8,0	2105	
		8,8	2185	
77	461	24,0	5420	2,50
		26,5	5650	
		29,5	5865	
		32,0	6085	
		34,0	6230	
78	473	5,5	2060	2,70
		6,5	2210	
		9,0	2465	
		11,0	2650	
		13,5	2825	
		16,0	3135	

Tableau X

Energies d'activation pour le fluage de l'uranium
technique en phase β

E	T _m	ΔT	e ₁ '	e ₂ '	Q	σ
80	615	22	3,6	5,9	42,14	750
	716	21	5,9	9,3	42,06	
81	677	13	3,4	4,6	41,70	470
	694	21	4,6	6,9	40,21	
	713	16	3,7	5,3	43,46	
	727	13	5,4	7,2	43,91	
	743	19	7,2	10,5	41,16	
82	695	22	0,75	1,2	40,03	530
	704	20	2,6	4,1	43,05	
	714	16	1,4	2,0	43,54	
	722	17	0,95	1,4	45,70	
	739	17	0,9	1,3	43,03	
83	701	21	2,3	3,6	40,79	730
	721	18	1,3	1,9	41,54	
	731	23	3,2	5,2	42,86	
	754	23	5,2	8,1	40,81	
	750	32	4,5	8,8	44,00	
84	701	19	1,6	2,4	40,53	430
	720	18	2,4	3,55	42,95	
	738	19	1,4	2,1	43,66	
	755	14	1,8	2,4	43,05	

Tableau XI

Energies d'activation pour le fluage de l'uranium
électrolytique en phase β

E	T _m	ΔT	e ₁ '	e ₂ '	Q	σ
85	682	19	4,8	7,4	42,10	655
	705	13	10,8	14,5	44,20	
	721	19	14,5	22,0	42,90	
	737	12	22,0	28,4	43,29	
86	681	15	7,8	11,0	41,73	750
	693	14	1,25	1,7	40,98	
	698	18	1,85	2,8	43,86	
	712	25	1,25	2,2	43,96	
	716	18	2,8	4,2	44,06	
	730	13	1,3	1,7	41,91	
	731	12	1,9	2,5	45,36	
	745	15	2,4	3,3	44,54	
	747	20	1,2	1,8	42,18	
	758	10	3,3	4,0	40,52	
	760	7	1,3	1,5	42,65	
87	689	26	0,8	1,5	44,93	1030
	711	19	1,2	1,8	41,36	
	713	28	1,6	3,0	43,83	
	730	19	1,6	2,4	42,98	
	732	11	3,0	3,8	43,93	
	743	11	3,8	4,8	43,42	
	747	14	2,4	3,2	42,38	
	758	9	3,2	3,8	41,16	
	692	19	15,5	24,0	42,99	
	710	17	35,0	52,0	44,60	
	728	18	52,0	76,0	42,13	

Tableau XII

Energies d'activation pour le fluage de l'U-Mo 0,5 %

E	T _m	ΔT	e ₁ '	e ₂ '	Q	σ
90	421	22	0,4	0,85	31,85	3640
	435	20	0,8	1,55	34,53	
	452	16	1,35	2,4	37,88	
	465	20	2,2	4,65	40,66	
91	477	31	0,2	0,7	43,59	4630
	504	21	0,65	1,65	47,10	
	510	20	0,7	1,6	48,33	
	522	15	1,6	2,85	49,12	
	540	20	2,85	6,0	49,03	
	555	10	6,0	8,6	49,04	
	568	17	8,6	15,5	48,96	
92	521	17	0,4	0,75	47,66	3900
	540	21	0,75	1,6	47,65	
	576	19	4,0	7,6	48,64	
	600	30	7,5	20,0	49,31	
93	516	22	0,4	0,95	48,58	4050
	534	14	0,95	1,6	47,71	
	552	22	1,6	3,5	48,58	
94	573	10	9,9	13,8	47,14	2030
	589	22	13,0	27,2	49,79	
	610	20	27,2	51,0	49,21	
	627	15	51,0	80,4	48,77	
95	578	16	2,8	4,75	48,03	2600
	591	18	4,75	8,6	49,66	
96	611	26	45,0	101,0	48,47	3510

Tableau XIII

Energies d'activation pour le fluage de U-Mo 1,1 %

E	T _m	ΔT	e ₁ '	e ₂ '	Q	σ
97	425	13	0,1	0,15	32,89	2460
	439	16	0,15	0,3	37,43	
	456	18	0,45	0,95	43,52	
	475	20	0,95	2,3	46,35	
98	443	18	0,1	0,2	39,47	6510
	460	16	0,25	0,45	42,03	
	473	13	0,55	0,95	46,98	
	490	20	0,95	2,25	50,23	
	510	20	2,25	5,6	55,92	
99	491	15	0,3	0,6	50,01	2600
	507	16	0,6	1,2	56,42	
	524	18	1,25	2,85	58,16	
	541	17	3,1	6,5	57,96	
100	558	16	6,1	12,0	58,83	2630
	520	13	1,2	2,2	58,54	
	537	21	1,5	3,75	58,56	
101	522	19	1,7	4,0	57,19	3940
	540	16	4,0	8,1	58,09	
	556	16	8,1	16,0	58,67	
	582	36	16,0	66,0	57,54	
102	585	15	17,0	30,9	58,36	2230
	599	15	43,2	75,5	56,80	
	615	17	100,0	185,0	57,13	

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] J.P. ANDRE - Thèse, Paris, (1964).
- [2] E.D. SWEETLAND et E.R. PARKER - Trans. AIME, 75, (1953), 33.
- [3] J.P. ANDRE, P. GRENIER et G. CIZERON - Mém. Sci. Rev. Métallurg., 61, n° 6, (1964), 451.
- [4] P. GRENIER - Mém. Sci. Rev. Métallurg., à paraître.
- [5] J. PASCAL - Thèse, Paris, (1963), 32.
- [6] R.W. CAHN et Mrs H. TOMLINSON - J. Nucl. Mat., 2, (1960), 88.
- [7] J. MERCIER, D. CALAIS et P. LACOMBE - C.R. Acad. Sci., 246, (1958), 110.
- [8] A. ROBILLARD, R. BOUCHER et P. LACOMBE - C.R. Acad. Sci., 244, (1957), 1367.
- [9] D. CALAIS et N. SIMENEL - C.R. Acad. Sci., 253, (1961), 1444.
- [10] N. MANDIN - Bull. Soc. Fr. Min. Crist., 81, (1958), 176.
- [11] G. SCHOECK - Recovery and creep, A.S.M., Cleveland, (1957), 199.
- [12] N.F. MOTT - Phil. Mag., 1, (1956), 568.
- [13] J.E. DORN - Rapport UCRL, 10455, Berkeley, (1964), 25.
- [14] D. Mc LEAN et K.F. HALE - Structural processes in creep, Iron and Steel Inst., (1961), 86.
- [15] G. SCHOECK - Mech. Behavior of Materials, Mc-Graw-Hill, New-York, (1961), 79.
- [16] H. CONRAD - Idem, 191.
- [17] J.E. DORN - Creep and recovery, A.S.M., Cleveland, (1957), 258.
- [18] G. CIZERON, D. CALAIS et P. LACOMBE - Mém. Sci. Rev. Métallurg., 57, n° 8, (1960), 589.
- [19] Y. ADDA et A. KIRIANENKO - C.R. Acad. Sci., 253, (1961), 445.
- [20] J.P. ANDRE, P. GRENIER et P. LACOMBE - Mém. Sci. Rev. Métallurg., 60, n° 12, (1963), 888.
- [21] J.P. ANDRE et P. GRENIER - C.R. Acad. Sci., 251, (1963), 1511.
- [22] J.P. ANDRE et P. LACOMBE - C.R. Acad. Sci., 254, (1962), 2159.
- [23] D. Mc LEAN - Mechanical properties of metals, John Wiley, London, (1962), 284.
- [24] D. CALAIS - Thèse, Paris, (1960), 29.
- [25] A.H. SULLY - Prog. in Met. Phys., 6, (1956), 135.
- [26] J. LETEURTRE - Rapport CEA, 372, (1964), 22.
- [27] N.F. MOTT - Phil. Mag., 43, (1952), 1151.
- [28] F.R.N. NABARRO - Phys. Soc., (1958), 75.
- [29] J. WEERTMAN - J. Appl. Phys., 23, (1960), 1213.
- [30] J.C.M. LI - Theory of strengthening in crystals, J. Washburn, (1959), 173.

- [31] J. FRIEDEL - Les Dislocations, Gauthier-Villars, Paris (1956), 177.
- [32] A. LEMOGNE - Thèse, Paris, (1965), 64.
- [33] D. Mc LEAN - J. Inst. Met., 81, (1952), 293.
- [34] R.W. CAHN et Mrs TOMLINSON - J. Nucl. Mat., 2, (1960), 88.
- [35] C.J. BALL et P.B. HIRSCH - Phil. Mag., 2, (1957), 977.
- [36] R.W. CAHN - Acta Met., 1, (1953), 63.
- [37] F. GAROFALO, L. ZWELL, A.S. KEH et S. WEISSMAN - Acta Met., 9, (1961), 721.
- [38] O.D. SHERBY, T.A. TROZERA et J.E. DORN - Proc. ASTM, 56, (1956), 789.
- [39] P. GRENIER, J.P. ANDRE et P. LACOMBE - C.R. Acad. Sci., 258, (1964), 3485.
- [40] P. GRENIER, R. SASSI et P. LACOMBE - C.R. Acad. Sci., 258, (1964), 6414.
- [41] A. SEEGER - Handbuch der Physik, Springer, 2, (1958), 11.
- [42] D. Mc LEAN - Mechanical properties of metals, John Wiley, London, (1962), 298.
- [43] L.T. LLOYD et H.H. CHISWIK - IIe conférence internationale de Genève sur les utilisations pacifiques de l'énergie atomique, 151, (1958), 1713.
- [44] O.D. SHERBY, J. LYTTON et J.E. DORN - Acta Met., 5, (1957), 219.
- [45] Y.A. ROCHER, L.A. SHEPARD et J.E. DORN - Trans. AIME, 215, (1959), 316.
- [46] G. SCHOECK - Conference on defects in crystalline solids, Phys. Soc., (1954), 340.
- [47] J. FRIEDEL - Internal stresses and fatigue, Elsevier, Amsterdam, (1959), 220.
- [48] J. FRIEDEL - Physique des solides, Sorbonne, Paris.
- [49] A.N. HOLDEN - Physical metallurgy of uranium, Addison-Wesley, Reading, (1958), 60.
- [50] E. RUEL et S. AMELINCK - J. Nucl. Mat., 9, (1963), 116.
- [51] F.R.N. NABARRO - Adv. in Physics, 1, (1952), 271.
- [52] W.T. READ - Dislocations in crystals, Mc-Graw-Hill, New-York, (1953).
- [53] O.H. WYATT - Phys. Soc., 66, (1953), 459.
- [54] H. CONRAD et W.D. ROBERTSON - Trans. AIME, 212, (1958), 536.
- [55] S.K. MITRA, P.W. OSBORNE et J.E. DORN - Trans. AIME, 221, (1961), 1206.
- [56] Y. ADDA, A. KIRIANENKO et C. MAIRY - J. Nucl. Mat., 3, (1959), 300.
- [57] J. LEHMANN - Thèse, Paris, (1959).
- [58] P. GRENIER - C.R. Acad. Sci., 259, (1964), 1956.

TABLE DES MATIÈRES

	Pages
INTRODUCTION	5
CHAPITRE I - APPAREILLAGE ET METHODES EXPERIMENTALES	7
1.1 - Machine de fluage sous vide	7
1.1.1 - Description de la machine de fluage	7
1.1.2 - Principe de fonctionnement	9
1.1.3 - Système de mise en charge variable	11
1.2 - Variétés d'uranium utilisées	11
1.3 - Obtention des polycristaux	12
1.3.1 - Polycristaux de taille de grain 30 microns	12
1.3.2 - Polycristaux de taille de grain variable	12
1.3.3 - Polycristaux soumis au fluage en phase β	12
1.4 - Préparation des monocristaux	13
1.5 - Méthodes d'observation des polycristaux et des monocristaux avant et après fluage	13
1.5.1 - Polissage électrolytique et attaque thermique	14
1.5.2 - Mise en évidence des systèmes de glissement	14
CHAPITRE II - FLUAGE DE L'URANIUM α AU-DESSUS DE 520°C	15
2.1 - Notions théoriques	15
2.1.1 - Vitesse de fluage	15
2.1.2 - Energie d'activation de fluage	16
2.1.3 - Mesure de l'énergie d'activation	16
2.2 - Rappel des résultats antérieurs	18
2.3 - Observations expérimentales	18
2.3.1 - Energies d'activation	18
2.3.2 - Variations de charges	18
2.3.3 - Influence de la taille des grains	18
2.3.4 - Influence de la pureté	20

	Pages
2.3.5 - Participation du fluage intergranulaire dans l'allongement total	21
2.3.6 - Participation du fluage au niveau des sous-joints dans l'allongement total	24
2.4 - Discussion des résultats	26
2.4.1 - Polycristaux	26
2.4.1.1 - Fluage primaire	26
2.4.1.2 - Fluage secondaire	27
2.4.2 - Monocristaux imparfaits	28
2.5 - Conclusions	29
 CHAPITRE III - FLUAGE DE L'URANIUM α AUX TEMPERATURES MOYENNES	 31
3.1 - Observations expérimentales	31
3.1.1 - Courbes de fluage	31
3.1.2 - Energies d'activation	31
3.1.3 - Variations de charge	32
3.1.4 - Observations micrographiques	32
3.1.4.1 - Monocristaux d'uranium électrolytique	32
3.1.4.2 - Monocristaux d'uranium technique	38
3.1.4.3 - Polycristaux d'uranium électrolytique	39
3.2 - Discussion des résultats	40
3.2.1 - Fluage par glissement dévié	40
3.2.2 - Description du mécanisme	41
3.2.3 - Différences constatées entre polycristaux et monocristaux	45
3.2.4 - Influence de la pureté	45
3.3 - Conclusions	45
 CHAPITRE IV - FLUAGE DE L'URANIUM α DANS LES DOMAINES DE TEMPERATURES INTERMÉDIAIRES ET DE L'URANIUM β	 47
4.1 - Fluage entre 120 et 325° C	47
4.1.1 - Energies d'activation	47
4.1.2 - Observations micrographiques	47
4.1.3 - Interprétation des résultats	47
4.2 - Fluage entre paliers d'énergie d'activation	48
4.2.1 - Courbes de fluage	48
4.2.2 - Energies d'activation	48
4.2.3 - Variations de charge	50
4.2.4 - Observations micrographiques	50
4.2.5 - Interprétation des résultats	50
4.3 - Fluage en phase β	51

	Pages
4.3.1 - Courbes de fluage	51
4.3.2 - Energies d'activation	51
4.3.3 - Observations micrographiques	52
4.3.4 - Interprétation des résultats	52
CHAPITRE V - FLUAGE D'ALLIAGES URANIUM-MOLYBDENE EN PHASE α	55
5.1 - Conditions expérimentales	55
5.1.1 - Alliages uranium-molybdène	55
5.1.2 - Traitements mécaniques et thermiques	55
5.2 - Observations expérimentales	56
5.2.1 - Energies d'activation	56
5.2.2 - Courbes de fluage	57
5.2.3 - Observations micrographiques	59
5.3 - Interprétation des résultats	59
CONCLUSIONS GENERALES	61
TABLEAUX	63
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES	75

DEUXIEME THESE

Propositions données par la Faculté

"LES DIVERSES METHODES DE MESURE DES TENSIONS INTERNES
DANS LES MATERIAUX"

Vu et approuvé :
Paris, le 21 Juin 1966
Le Doyen de la Faculté des Sciences,
Marc ZAMANSKY

Vu
et Permis d'imprimer :
Le Recteur de l'Académie
de Paris,
Jean ROCHE

IMPRIMERIE LOUIS-JEAN

Ouvrages scientifiques

T Y P O - O F F S E T

GAP (Hautes-Alpes)

Dépôt légal n° 349

1967

